

THÈSES

présentées

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE NANCY

pour obtenir

LE DIPLOME DE DOCTEUR-INGÉNIEUR

par

Abderrahman BENABDERRAZIK

Ingénieur de l'École Nationale Supérieure
d'Électricité et de Mécanique
de Nancy

1^{re} THÈSE — Influence de maintiens isothermes prolongés à basse température sur la graphitisation des alliages fer-carbone-silicium du type aciers riches en carbone et en silicium.

2^{me} THÈSE — Les aciers « Maraging »

Soutenues le 14 Novembre 1966 devant la Commission d'Examen.

Monsieur le Doyen J. AUBRY. . . . Président.

MM. R. FAIVRE. . . . {
A. HEROLD. . . . { Examineurs.

THÈSES

présentées

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE NANCY

pour obtenir

LE DIPLOME DE DOCTEUR-INGÉNIEUR

par

Abderrahman BENABDERRAZIK

Ingénieur de l'École Nationale Supérieure
d'Électricité et de Mécanique
de Nancy

1^{re} THÈSE — Influence de maintiens isothermes prolongés à basse température sur la graphitisation des alliages fer-carbone-silicium du type aciers riches en carbone et en silicium.

2^{me} THÈSE — Les aciers « Maraging »

Soutenues le 14 Novembre 1966 devant la Commission d'Examen.

Monsieur le Doyen J. AUBRY. . . . *Président.*

MM. R. FAIVRE. . . . {
A. HEROLD. . . . { *Examineurs.*

THÈSES

présentées

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE NANCY

pour obtenir

LE DIPLOME DE DOCTEUR-INGÉNIEUR

sur

Abderrahman BENABDEBRAZIK

Ingenieur de l'École Nationale Supérieure

d'Électronique et de Mécatronique

de Nancy



1^{re} THÈSE — Influence de maintiens isothermes prolongés à basse température sur la graphitisation des alliages fer-carbone-silicium du type acier à haute teneur en carbone et en silicium.

2^{me} THÈSE — Les aciers « Marténo »

Soutenues le 14 Novembre 1966 devant la Commission d'Examen.

Monsieur le Docteur J. AUBRY, Président
Mme R. FAIVRE, Examinateur
A. HIRSH, Examinateur

Doyen : M. AUBRY

Assesseur : M. GAY

Doyens honoraires : MM. CORNUBERT - DELSARTE - URION - ROUBAULTProfesseurs honoraires : MM. CROZE - RAYBAUD - LAFFITTE - LERAY - JULY LAPORTE - EICHHORN - GODEMENT - DUBREUIL - L. SCHWARTZ - DIEUDONNE - DE MALLEMANN - LONGCHAMBON - LETORT - DODE - GAUTHIER - GOUDET - OLMER CORNUBERT - CHAPELLE - GUERIN - WAHLMaîtres de conférences honoraires : MM. LIENHART - PIERRETProfesseurs

MM. URION	Chimie biologique	* MALAPRADE	Chimie
DELSARTE	Analyse supérieure	MANGENOT	Botanique
ROUBAULT	Géologie	GAYET	Physiologie
CAPELLE	Mécanique rationnelle	BONVALET	Mécanique appliquée
VEILLET	Biologie animale	HADNI	Physique
BARRIOL	Chimie théorique	* BASTICK	Chimie
BIZETTE	Physique	* KERN	Minéralogie
GUILLIEN	Electronique	DUCHAUFOUR	Pédologie
GIBERT	Chimie physique	GARNIER	Agronomie
LEGRAS	Mécanique rationnelle	* WEPPE	Minéralogie appliquée
BOLFA	Minéralogie	NEEL	Chimie organ. indust.
NICLAUSE	Chimie	BERNARD	Géologie appliquée
FAIVRE	Physique appliquée	* CHAMPIER	Physique
AUBRY	Chimie minérale	* GAY	Chimie biologique
COPPENS	Radiogéologie	* REGNIER	Physico-chimie
DUVAL	Chimie	STEPHAN	Zoologie
FRUHLING	Physique	* CONDE	Zoologie
HILLY	Géologie	* WERNER	Botanique
LE GOFF	Génie chimique	EYMAR	Calcul différent.& int.
SUHNER	Physique expérimentale	LEVISALLES	Chimie organique
CHAPON	Chimie biologique	Mme HERVE	Méthodes mathémat.
HEROLD	Chimie miné. indust.		de la physique
SCHWARTZ B.	Exploitation minière	* GOSSE	Mécanique physique

Année scolaire 1965-1966

* Professeur titulaire à titre personnel

Maîtres de Conférences

Mme BASTICK	Chimie M.P.C. (Epinal)	BLAZY	Minéralogie appliquée
MM. GUDEFIN	Physique	JANOT	Physique M.P.C.
ROCCI	Géologie	JACQUIN	Pédologie et chim.ag.
VUILLAUME	Psychophysiologie	MAINARD	Physique M.G.P.
FRENTZ	Biologie animale	CACHAN	Entomologie appliquée
HORN	Physique propédeut.	MARTIN	Chimie M.P.C.
LAFON	Physique (I.S.I.N.)	N.	Probabilités et stat.
MARI	Chimie (I.S.I.N.)	N.	Mécanique (I.S.I.N.)
AUROUZE	Géologie	N.	Mathématiques
FELDEN	Physique théorique nuc.	N.	Mécanique expérim.
DEVOT	Physique du solide	N.	Génie chimique
FLECHON	Physique M.P.C.	N.	Mathématiques M.P.C.
Me1 HUET	Mathématiques S.P.C.N.	N.	Mathématiques S.P.C.N.
MM. VIGNES	Métallurgie	N.	Mathématiques appl.
BALESDENT	Thermodynamique chim.ap	N.	Mécanique des fluides
		N.	Physiologie animale

Digitized by the Internet Archive
in 2026

A MON MAITRE

Monsieur le Professeur René FAIVRE

Directeur du Laboratoire de Physique de
l'Etat Métallique,

Directeur Scientifique de l'Ecole Nationale
Supérieure de la Métallurgie et de l'Indus-
trie des Mines de Nancy

Hommage respectueux et profondément reconnaissant.

A MES PARENTS

A MA FEMME

Témoignage d'affection et de reconnaissance.

PLAN

AVANT PROPOS

CHAPITRE I

INTRODUCTION

HISTORIQUE

CHAPITRE II - METHODES EXPERIMENTALES

PROCEDES D'ETUDE DE LA GRAPHITISATION

- II.1 Etude de la cinétique de graphitisation par dilatométrie isotherme.
- II.2 Recherche, identification des premiers germes de graphite et leur distinction des carbures de revenu.
- II.3 Procédé de numération des particules de graphite.
- II.4 Méthode microdensitométrique de détermination des dimensions des particules de graphite.

CHAPITRE III - ELABORATION ET TRAITEMENTS THERMIQUES DES ALLIAGES

- III.1 Elaboration des alliages
- III.2 Traitements thermiques
- III.3 Etude structurale des alliages avant graphitisation.
 - III.3.1 Nature des alliages étudiés
 - III.3.2 Structure de l'alliage non trempé

III.3.3 Structure des alliages trempés non revenus

III.3.4 Structure des alliages trempés puis revenus.

III.4 Comparaison qualitative de la structure des différents graphites formés à partir de l'état brut de coulée, des états simplement trempés et des états trempés et revenus.

CHAPITRE IV - ETUDE PAR DILATOMETRIE ISOTHERME DE LA CINETIQUE DE GRAPHITISATION. INFLUENCE DE L'ETAT INITIAL

IV.1 Equations proposées pour représenter la cinétique de la graphitisation.

IV.2 Résultats expérimentaux.

IV.2.1 Influence de la trempe suivie d'un revenu de 24 heures à 420°C sur la graphitisation de l'alliage I à 1,8 % de carbone et 1,5 % de silicium

IV.2.2 Influence des facteurs température et durée du revenu sur la cinétique de graphitisation de l'alliage III à 1 % de carbone et 2 % de silicium.

IV.2.3 Variations de l'exposant n de l'équation d'Austin et Rickett en fonction de la température de graphitisation θ_g

IV.3 Détermination des énergies d'activation

IV.3.1 Principe

IV.3.2 Résultats expérimentaux

CHAPITRE V - ETUDE STRUCTURALE DE LA GERMINATION ET DE LA CROISSANCE DES PARTICULES DE GRAPHITE.

- V.1 Variations du nombre de particules de graphite en fonction de la durée du revenu isotherme.
- V.2 Variations de la dureté en fonction de la durée du revenu isotherme.
- V.3 Processus de germination du graphite dans les alliages non trempés.
- V.4 Influence de la durée et de la température de graphitisation sur le nombre de particules de graphite.
 - V.4.1 Variations du nombre de particules de graphite en fonction de la durée de graphitisation.
 - V.4.2 Variations du nombre de particules de graphite en fonction de la température de graphitisation.
- V.5 Etude de la loi de croissance des particules de graphite.

CHAPITRE VI - DISSOLUTION PARTIELLE DU GRAPHITE DIFFUS DANS L'AUSTENITE.

CONCLUSIONS

AVANT-PROPOS

La graphitisation à l'état solide d'un acier ou d'une fonte blanche est un phénomène de précipitation du carbone sous la forme de graphite. Plusieurs auteurs ont montré que la graphitisation se produit en deux stades : germination du graphite et croissance. La croissance serait réglée par la diffusion d'un des éléments constituant l'alliage, peut être même du carbone qui proviendrait de la décomposition des carbures.

La graphitisation des aciers et des fontes blanches alliés, trempés et revenus, présente un intérêt considérable pour le métallurgiste. D'une simple curiosité de laboratoire, elle est passée au stade de procédé industriel, offrant de nombreuses applications commerciales.

Cependant, le problème le plus discuté concerne le mécanisme de la formation des germes de graphite ; plusieurs auteurs ont échafaudé des théories sur le processus de formation des centres de graphitisation, mais la plupart de leurs études ont été faites sur des aciers ou sur des fontes blanches industrielles contenant des impuretés en plus de certains éléments d'addition comme l'aluminium, le nickel, le silicium et le cuivre qui ont un effet accélérateur sur le processus de la graphitisation.

Aussi, avons-nous entrepris l'étude du mécanisme de ce phénomène sur des aciers synthétiques ne contenant que des éléments d'addition purs : silicium, carbone et fer avec le principal souci de suivre la transformation des phases au cours du revenu des aciers trempés et d'établir la relation entre le processus de formation des carbures et la graphitisation.

Notre travail a été effectué dans le Laboratoire de Physique de l'Etat Métallique de la Faculté des Sciences et de l'Ecole Nationale Supérieure de la Métallurgie et de l'Industrie des Mines de Nancy.

Que notre Maître, Monsieur le Professeur René FAIVRE Directeur Scientifique de l'Ecole Nationale Supérieure de la Métallurgie et de l'Industrie des Mines, Directeur du Laboratoire de Physique de l'Etat Métallique, veuille bien accepter le témoignage profond de notre sincère gratitude pour la direction qu'il a bien voulu donner à notre travail et pour la bienveillante attention qu'il n'a cessé de nous accorder ; non seulement il nous a guidé par ses conseils éclairés mais aussi il nous a appris, à travers sa personne, beaucoup de qualités humaines.

Nous adressons nos plus vifs remerciements à Monsieur le Doyen AUBRY et à Monsieur le Professeur HEROLD qui ont bien voulu accepter de faire partie de notre Jury d'examen.

Nos sentiments de profonde reconnaissance vont également à l'Institut de Recherches de la Sidérurgie (IRSID) et, en particulier, à son Directeur Général, Monsieur Marc ALLARD ainsi qu'à son représentant à Nancy, le laboratoire de Réfractaires et Minerais, en la personne de Monsieur le Président TERREL et de son Directeur, Monsieur Jean BARON, pour l'aide morale et matérielle qu'ils nous ont apportée.

Nous tenons à remercier aussi tous nos camarades du Laboratoire, chercheurs et techniciens, pour l'amitié qu'ils nous ont témoignée et le soutien qu'ils nous ont apporté. Nous pensons tout particulièrement au "groupe des fondeurs" et aux nombreuses discussions que nous avons eues ensemble. Ces discussions nous ont été d'une grande utilité.

CHAPITRE I

INTRODUCTION

HISTORIQUE

D. Saito et H. Sawamura (1) (2) ont découvert les premiers, en 1926, qu'une trempe à l'eau suivie d'un recuit, augmente énormément le nombre de particules de graphite formées dans une fonte blanche et que la vitesse de graphitisation devient cinq fois plus grande que celle de la même fonte n'ayant pas subi ce recuit.

En outre, en 1930, ces auteurs ont établi par dilatométrie que l'élévation de température de trempe, l'accroissement de la vitesse de trempe et le recuit isotherme, abaissent la température de début de graphitisation, accélèrent ce phénomène et accroissent la finesse du graphite de recuit. Mais ces auteurs se sont contentés d'observer la présence de microtapures sans expliquer le phénomène.

Au cours de la même année 1930, H.A. Schwartz (3) et (4) a confirmé qu'une fonte blanche, ayant subi une trempe à l'huile puis un recuit à 900°C, graphitise rapidement et contient un nombre très élevé de particules de graphite. Mais il n'a pas donné une explication valable de ces faits.

En 1931, A. Portevin et P. Chévenard (5) ont mis en évidence ce phénomène dans le cas particulier d'un acier hypereutectoïde à 1,6 % de carbone et à basse teneur en silicium. Cet acier, austénitisé à 1180°C, trempé à l'eau, puis revenu à 575°C, donne au dilatomètre une expansion caractéristique de la

graphitisation.

La graphitisation isotherme à 660°C d'un tel acier en atmosphère d'oxyde de carbone est totale au bout de 21 heures et s'accompagne d'une baisse de dureté de 340 à 110 Brinell. Ces auteurs ont montré ainsi que la graphitisation des aciers hypereutectoïdes trempés prend naissance dans la matrice et que le phénomène est lié directement à leur revenu.

En 1940, A. Hultgren et Edstrom (6) (7) ont étudié le phénomène de graphitisation sur des fontes blanches au manganèse, au nickel et au cuivre. Ils ont montré que la trempe martensitique est efficace mais que la trempe bainitique à 350°C ne l'est pas. Ils ont établi, en outre, qu'un revenu d'une demi-heure à 600°C d'une fonte blanche trempée, ou encore un réchauffage lent entre 400 et 600°C , augmente le nombre de particules de graphite, la vitesse de réaction et la durée de la graphitisation totale. Dans ces conditions, la graphitisation d'une fonte blanche "pour malléable" de composition normale (2,5 % de carbone 0,95 % de silicium et 0,30 % de manganèse) est complète après un recuit de 20 minutes à 975°C ou après un maintien de 20 heures à 695°C .

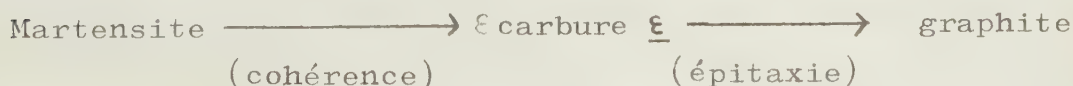
En 1944, O.W. Simmons (8) a montré, par des essais faits sur des fontes blanches industrielles, que le nombre de germes de graphite de recuit ne devient considérable que lorsque la dureté des fontes trempées dépasse 57 Rockwell C. Il a ainsi relié l'augmentation du nombre de germes à la présence de la martensite.

En 1948, Pélabon et Ivernel (9) ont montré que les aciers et les fontes blanches trempés à l'huile ont, à des températures comprises entre 550°C et 670°C , des durées de graphitisation dix fois plus courtes que les fontes non trempées. En outre, le graphite obtenu se trouve sous forme

de petits bâtonnets. Lorsqu'on opère en température croissante, ces bâtonnets sont d'autant plus nombreux et plus fins que la montée en température a été plus lente.

La même année, P. Laurent et M. Ferry (10) ont entrepris, sur des fontes blanches austénitisées et trempées à l'eau, une étude systématique des facteurs susceptibles d'avoir une influence sur le nombre de particules de graphite. Les courbes de revenu isochrone représentant la variation du nombre de nodules par millimètre carré en fonction de la température de revenu, présentent un maximum qui est peu accusé et s'abaisse de 550°C à 480°C quand la durée du revenu passe d'une heure à 48 heures.

Plus récemment, J. Pomey (11) (12) a étudié le mécanisme de la germination du graphite de recuit dans les fontes blanches et les aciers ayant subi une trempe étagée jusqu'à la température de l'azote liquide, puis revenus pendant 48 heures à 450°C. En procédant par analyse thermomagnétique différentielle, il a mis en évidence la formation, vers 300°C, du carbure hexagonal ϵ , ferromagnétique, qui se décompose entre 380 et 450°C en carbure de Hägg χ , monoclinique, paramagnétique. La cémentite n'apparaît qu'au delà de 500°C. Cet auteur a relié ainsi la présence d'un nombre élevé de germes de graphite à la décomposition du carbure ϵ formé pendant le revenu, à la décomposition cohérente de la bainite inférieure ou de la martensite. Il a décrit le mécanisme de la graphitisation à l'aide du processus cristallographique suivant :



P. Laurent et M. Ferry (13) ont montré, en 1958, que la théorie de J. Pomey n'explique pas le nombre très élevé de germes (de l'ordre de plusieurs dizaines de milliers), obtenus lorsque la germination est effectuée au dessus de 550°C, c'est-à-dire dans un domaine de température où tous les produits de décomposition martensite ont achevé leur transformation en cémentite. Ils ont alors mis en évidence l'existence d'un effet secondaire, dû à la finesse de l'agrégat sorbitique (carbures-ferrite), obtenu par réchauffage de la martensite. Ce phénomène vient se superposer à la décomposition du carbure $\underline{\chi}$ en graphite.

En 1964, B. Jakovlev (14) a étudié le mécanisme de la graphitisation des aciers alliés trempés et revenus, en procédant par analyse magnétique des phases et par dilatométrie. Il a fait varier la teneur en silicium de 1 à 4 % pour des aciers ayant la même teneur en carbone et en autres éléments d'alliage. Il a constaté que lorsque la teneur en silicium croît, la vitesse de dissolution du carbure $\underline{\chi}$ est plus grande et il a affirmé que, dans ces conditions, le produit de la décomposition $\underline{\chi} \longrightarrow \chi$ se ferait sans intervention supplémentaire de fer ou de carbone. La décomposition du carbure $\underline{\chi}$ provoquerait la formation d'une grande quantité de carbone et créerait des conditions favorables à la formation des centres de graphitisation. Comme preuve supplémentaire, il a montré que le corroyage des aciers contenant de la cémentite provoque la dissolution de cette phase et la formation de carbure $\underline{\chi}$ qui, chauffé à haute température, se décomposerait en créant de très nombreux centres de graphitisation.

Il existe donc un profond désaccord entre les différents auteurs sur l'analyse de ces mécanismes. Ce désaccord réside essentiellement dans la divergence des opinions sur l'évolution du carbone au cours du revenu. Sa cause est probablement l'utilisation, par les différents auteurs, de méthodes de recherches très diverses.

Aussi, pour mieux comprendre ce mécanisme, avons-nous entrepris une étude systématique de l'influence des traitements isothermes à basse température sur des alliages Fe-C-Si purs, du type aciers hypereutectoïdes, en comparant les phénomènes qui se déroulent dans ces alliages pris dans les trois états initiaux suivants :

- alliage non trempé
- alliage trempé à l'eau, puis immergé dans l'azote liquide et non revenu.
- alliage trempé à l'eau, puis immergé dans l'azote liquide et revenu.

L'immersion dans l'azote liquide a pour but d'obtenir une structure martensitique ne contenant pratiquement plus d'austénite résiduelle (12) (15).

L'étude des aciers trempés, puis revenus, entraîne tout naturellement l'analyse de l'évolution du carbone au cours du revenu. Signalons que les résultats que nous avons obtenus à ce sujet confirment le travail de Paul FAU (15).

La graphitisation a été étudiée par analyse thermodilatométrique en condition isotherme, micrographies optique et électronique et microdiffraction des électrons. Des essais de dureté et de microdureté ont permis de contrôler l'évolution de la matrice. L'étude micrographique a été rendue quantitative grâce à des numérations des particules de graphite et à des évaluations des dimensions linéaires de ces particules par enregistrement microphotométrique des micrographies. Enfin, pour l'étude de la cinétique de la graphitisation, nous avons procédé par analyse dilatométrique en condition isotherme.

Nous tenons à signaler que dans notre laboratoire une équipe de chercheurs formée de J.M. Schissler, A. Simon, B. Vigneron, B. Jungmann et D. Laurent, le "groupe des fondeurs" poursuit actuellement, sur lames ultra-amincies, l'étude de l'évolution des carbures et de la graphitisation par microscopie électronique directe en transmission et par microdiffraction directe des électrons.

C'est J.M. Schissler qui le premier est parvenu à résoudre les plus grosses difficultés de l'ultra-amincissement de matériaux aussi hétérogènes que les alliages du type fonte.

CHAPITRE II

METHODES EXPERIMENTALES
PROCEDES D'ETUDE DE LA GRAPHITISATION

L'analyse thermodilatométrique permet une étude quantitative de la cinétique de graphitisation et, en particulier, la recherche des lois qui la régissent. Elle a été déjà utilisée dans ce but par de très nombreux chercheurs (11) (13) (16) (17).

Pour analyser de façon plus précise les phénomènes et pour contrôler la validité de la méthode thermodilatométrique, nous avons effectué de très nombreux examens micrographiques que nous avons pu rendre quantitatifs soit par des numérations de particules de graphite permettant de déterminer le nombre de germes, soit en mesurant par une méthode microdensitométrique très précise, les dimensions de ces particules qui sont déterminées par la croissance du graphite. Cette dernière méthode permet d'atteindre les particules les plus fines.

Dans les alliages trempés puis revenus, la recherche des premiers germes de graphite et la distinction entre ce graphite et les carbures de transition formés au cours du revenu (carbure ε, carbure χ (ou de Hägg) ont été effectuées par microscopie électronique et microdiffraction des électrons.

II.1 - Etude de la cinétique de graphitisation par dilatométrie isotherme

Nous avons utilisé un dilatomètre à capteur électromagnétique de déplacement Philips (figure 1) dont le principe

a été déjà décrit par Delaplace (18), Degois (19), Collot (20) etc... L'équipage dilatométrique est un tube (H) de silice obturé à l'extrémité inférieure. Nous réalisons autour de l'échantillon une atmosphère confinée d'argon qui le protège efficacement contre l'oxydation. L'orifice d'entrée(0) de l'argon est incliné vers la base de 45 degrés par rapport à l'horizontale. L'orifice de sortie S est situé au dessus de l'orifice d'entrée. Il est relié à un barboteur de contrôle du débit. Le four électrique F est porté à la température choisie pour l'expérience puis amené, grâce à un mouvement de bascule, autour du tube contenant l'échantillon. Le four F est alimenté en tension stabilisée. Un couple chromel-alumel permet de mesurer la température au voisinage immédiat de la région centrale de l'échantillon. Aux températures relativement basses, c'est-à-dire jusqu'à 530°C, on utilise un four à creuset en acier inoxydable contenant du plomb fondu. Aux températures supérieures, on emploie un four électrique ordinaire dans lequel le milieu intermédiaire est de l'air.

Les bobines émettrices du capteur de déplacement sont alimentées en courant alternatif stabilisé. La bobine réceptrice est liée à un galvanomètre à suiveur de spot par l'intermédiaire d'un amplificateur convenable. Les courbes isothermes longueur-temps c'est-à-dire, finalement, degré d'avancement de la graphitisation-temps, sont enregistrées par le suiveur de spot. La vitesse de déroulement du papier enregistreur peut être réglée à une valeur comprise entre 1,2 et 300 mm par minute. En pratique, nous utilisons des vitesses faibles comprises entre 1,2 et 3 mm par minute, à cause de la lenteur de la réaction de graphitisation à basse température.

Nos enregistrements indiquent une durée de mise en température de l'ordre de 3 à 4 minutes. Au cours de cette opération, l'échantillon subit une dilatation rapide. La fin de ce régime transitoire est choisie comme origine des temps. Nous observons ensuite une période d'incubation qui est très longue dans le cas des aciers non trempés lorsqu'on les étudie à basse température et relativement courte pour les aciers trempés et revenus (figure 2).

II.2 - Recherche, identification des premiers germes de graphite et leur distinction des carbures de revenu.

Les échantillons sont soumis à un polissage mécanique terminé par un polissage au diamant de 0,25 microns.

Dans le cas où l'on se contente d'un examen du graphite avec numération ou d'une mesure des dimensions des particules, ce polissage, qui permet un examen sur fond clair, constitue le procédé le plus correct d'attaque sélective des particules de graphite (Planche I, micrographie A). Le graphite apparaît en creux par rapport à la matrice. Le polissage électrolytique accentue ce défaut à cause de l'énorme différence de potentiel de dissolution entre la matrice et le graphite. Le graphite est déchaussé, souvent même expulsé, et la cavité qu'il laisse est beaucoup plus grande que la particule.

Lorsqu'on veut étudier la matrice et les carbures qu'elle est susceptible de renfermer, on procède à une attaque au nital à 4 %. Mais alors, le contraste entre le graphite et son environnement devient si faible qu'il est difficile de le discerner (Planche I, micrographie B). La recherche des premiers germes de graphite, leur identification et leur distinction d'avec les carbures de revenu, constituent

un problème délicat de microscopie électronique et de microdiffraction des électrons. La technique de la réplique directe au carbone, appliquée à la surface de l'alliage simplement polie au diamant, ne permet pas de déceler les particules de graphite. La méthode de la double réplique d'extraction collodion-carbone, qui nécessite une attaque chimique, extrait à la fois les particules de graphite et les particules de carbure. Le graphite, plus transparent aux électrons, apparaît, à épaisseur égale, en clair par rapport aux carbures (planche II, cliché A). Cependant, lorsqu'il est très épais (planche II, cliché C), cette différence s'atténue et il peut être difficile de le distinguer des particules de carbure. On peut cependant noter que les particules de graphite présentent souvent des bords beaucoup plus transparents que l'intérieur alors que les bords des particules de carbures restent encore parfaitement opaques. La microdiffraction des électrons (planche II, clichés B et D) permet d'ailleurs souvent d'identifier de façon sûre les cristallites de graphite dont les taches individuelles de réflexion sélective viennent se placer très exactement sur les anneaux de Debye-Scherrer provenant de la diffraction par le graphite constituant la réplique et par les microcristaux formant les particules polycristallines extraites. On constate d'ailleurs que les anneaux de Debye-Scherrer formés par une région vide de particules, sont beaucoup plus flous que ceux qui proviennent d'une région riche en particules de graphite : le carbone de la réplique est moins parfaitement cristallisé que celui qui appartient aux particules de graphite extraites de l'alliage.

La distinction entre carbures et graphite devient d'ailleurs évidente lorsqu'on accroît l'intensité du faisceau électronique de manière à élever considérablement la température de la préparation : les particules de carbures se globularisent alors que la forme des particules de graphite reste inchangée.

Nous pensons cependant que notre étude devrait être reprise par la technique des lames ultra-minces car l'extraction des particules de graphite ou de carbures n'est jamais complète.

II.3 - Procédé de numération des particules de graphite

Nous procédons au comptage du nombre de particules sur l'écran translucide du microscope métallographique. Nous utilisons une méthode planimétrique qui consiste à tracer sur l'écran un carré de $81 \times 81 \text{ mm}^2$ que l'on divise en 9 carrés égaux de $27 \times 27 \text{ mm}^2$. Nous comptons le nombre de particules de graphite contenues dans chacun de ces petits carrés pris toujours dans le même ordre. Nous évitons ainsi à la fois de compter deux fois la même particule et d'en oublier. Lorsqu'une particule est coupée par le contour du grand carré, nous la comptons pour $\frac{1}{2}$. Si le nombre $\underline{N}$ de particules coupées est impair, nous arrondissons $\frac{\underline{N}}{2}$ à l'entier supérieur.

Le nombre total de particules ainsi déterminé est rapporté à l'unité de surface.

Nous avons toujours opéré au même grossissement $G = \times 1.000$ pour les alliages trempés, et au grossissement $G = \times 200$ pour les alliages non trempés dont le graphite se trouve sous la forme de particules plus grosses. Pour chaque échantillon, nous effectuons dix numérations sur des plages différentes prises au hasard. Nous prenons comme valeur du nombre de particules par unité de surface la moyenne arithmétique des nombres obtenus dans chaque numération.

Ce nombre de particules est égal au nombre de germes de graphite formés dans la matrice lorsque toutes les particules sont monocristallines. On doit pouvoir confondre ce nombre de germes avec le nombre de particules lorsque ces particules sont très fines c'est-à-dire dans le cas du graphite diffus formé à basse température ou après une très courte durée de maintien isotherme de graphitisation.

II.4 - Méthode microdensitométrique de détermination des dimensions des particules de graphite.

Pour mesurer les dimensions des particules de graphite, nous avons utilisé un microphotomètre enregistreur Samnié-Bouty à cellule à couche d'arrêt $\text{Cu/Cu}_2\text{O}$ dans lequel le galvanomètre d'origine a été remplacé par un galvanomètre SEFRAM beaucoup plus sensible que lui (sensibilité $0,66 \cdot 10^{-9} \text{ A/mm}$ à 1 m). La figure 3 représente schématiquement ce microphotomètre.

La figure 4 A représente l'enregistrement obtenu sur la micrographie. Malgré un agrandissement de l'ordre de $\times 10$, les bords des particules créent, sur la courbe d'intensité, une discontinuité très nette qui peut être pointée avec une grande précision. Au contraire, un agrandissement photographique ou l'observation à l'aide d'une lunette de grossissement $\times 20$, ne conduit pas à une définition nette des bords

Pour obtenir des résultats reproductibles, il convient de prendre un certain nombre de précautions relatives à la préparation de la surface et surtout aux techniques photographiques. Le polissage au diamant de 0,25 microns se révèle absolument indispensable.

L'émulsion à grains très fins Agfa Isopan I.F.F. convient parfaitement à ce travail. On n'observe aucune oscillation sporadique sur l'enregistrement même dans le fond transparent du cliché.

Le temps de pose, l'intensité de l'éclairage et le grossissement du microscope ont été choisis une fois pour toutes.

Le développement de chaque série de dix plaques relatives au même échantillon est effectué à la température rigoureusement constante de 20°C à l'aide d'un révélateur toujours neuf. La durée du développement de 4 minutes est maintenue parfaitement constante. Le fixateur utilisé au fixage d'une série de dix plaques est également toujours neuf. La courbe de la figure 4 A correspondant à la micrographie optique 4-B, a été obtenue dans ces conditions.

Chaque point expérimental a fait l'objet de 20 enregistrements à raison de 2 par plaque. La figure 4-C indique le principe de la construction permettant de séparer les profils relatifs à deux particules de graphite voisines. C'est dans ces conditions précises que nous avons obtenu, pour la courbe représentant les variations du carré du diamètre des particules en fonction de la durée de graphitisation, une droite. La loi de croissance des particules de graphite est bien la loi parabolique classique imposée par les phénomènes de diffusion.

CHAPITRE III

ELABORATION ET TRAITEMENTS THERMIQUES DES ALLIAGES

Les matières premières que nous avons utilisées pour préparer les alliages ternaires fer-carbone-silicium sont de la poudre de fer ex-carbonyl, du silicium à 99,9 % et du carbone pour analyse spectrographique. Les impuretés majeures du fer ex-carbonyl CNSI 450 de l'Office National Industriel de l'Azote sont le carbone (400 p.p.m.), l'azote (220 p.p.m.) et l'oxygène (2.200 p.p.m.).

Les poudres de fer, de carbone et de silicium sont pesées, mélangées intimement, puis frittées pour favoriser le chauffage par induction et limiter les pertes de carbone par oxydation, du fer et surtout du silicium par volatilisation.

Nous avons en effet opéré sous vide dans un four à induction Balzers de 30 kW. Nous utilisons des creusets en pisé réfractaire de Péchiney HF BS contenant 70 % d'alumine, 29 % de magnésie, 0,5 % de silice et 0,5 % de chaux.

Le métal en fusion est coulé dans une lingotière en cuivre refroidie par un courant d'eau ; nous obtenons ainsi des lingots de 800 grammes environ. Ces lingots ont été ensuite sciés pour faciliter la mise en forme des éprouvettes. Deux sortes d'échantillons cylindriques ont été usinés, les uns de 8 mm de diamètre et de 12 mm de hauteur destinés à l'examen microscopique, les autres de 4 mm de diamètre et 30 mm de longueur pour l'étude dilatométrique.

III.2 - Traitements thermiques

Les échantillons de l'alliage non trempé n'ont subi aucun traitement thermique préalable à la graphitisation. Ils ont été introduits individuellement dans un four déjà chaud, alimenté sous tension stabilisée. Toute décarburation par oxydation était évitée grâce au maintien d'une atmosphère d'argon dans le tube de silice contenant l'échantillon (H, figure 1). Un couple chromel-alumel placé à proximité de l'échantillon permet le contrôle de la température au cours de la graphitisation.

La mise en température de l'échantillon dure entre 3 et 4 minutes selon la température de graphitisation. Pour l'étude de la graphitisation des aciers trempés, les échantillons ont subi individuellement, en atmosphère d'argon, une austénitisation de 20 minutes à 900°C ou à 1000°C selon la composition de l'alliage. Ils ont été ensuite trempés dans l'eau salée à 10 % de NaCl, à 0°C puis immergés immédiatement après dans l'azote liquide à - 196°C.

L'opération de trempe étagée dure moins de 2 secondes. Elle est suivie d'un revenu isotherme précédant la graphitisation dans le cas où l'on veut effectuer un essai de maturation à basse température. Les traitements de revenu sont conduits dans des fours dont le creuset en acier inoxydable contient un bain métallique d'étain ou de plomb fondus ou, pour les basses températures, un mélange de ces deux métaux. C'est grâce à ce dispositif que l'équilibre thermique est pratiquement atteint au bout de 3 secondes. La gaine protégeant le couple chromel-alumel de mesure de la température, plonge dans le bain métallique.

Les températures de maintien isotherme pendant le revenu ont été déterminées sur les courbes dilatométriques en température croissante obtenues par enregistrement photographique à l'aide d'un dilatomètre Chévenard modifié par G. Donzé (21)

dans notre laboratoire, afin de maintenir l'échantillon sous vide.

Comme Paul Fau l'a déjà signalé (15), cette étude permet de délimiter avec précision les domaines de précipitation et de transformation des carbures de fer.

La figure 5 schématise les différents modes opératoires utilisés pour obtenir chacun de ces états de départ et situe les domaines de graphitisation par rapport à ces états.

III.3 - Etude structurale des alliages avant graphitisation

III.3.1 - Nature des alliages étudiés

L'étude de la graphitisation a été effectuée sur trois types d'alliages dont les teneurs en carbone et en silicium figurent au tableau (I) suivant :

Tableau I

Type	C%	Si %	Structure à 900°C
I	1,80	1,50	squelette de cémentite primaire.
II	1,18	1,19	totalelement homogène en γ
III	1,00	2,00	totalelement homogène en γ

Les alliages II et III sont entièrement homogénéisables en structure gamma et peuvent être, de ce fait, considérés comme des aciers. L'alliage I se rattacherait plutôt aux fontes.

Nous avons effectué les dosages de carbone et de silicium en appliquant strictement les méthodes décrites dans les normes françaises :

NF A 06-301 pour le carbone

NF A 06-302 pour le silicium

Ces essais ont été effectués, pour chaque type d'alliages, plus de quatre fois successives pour voir s'il y a une dispersion dans les résultats. Nous avons ainsi conclu que la précision sur le carbone est de $\pm 0,05 \%$. La précision sur le silicium correspond bien à la valeur $\pm 0,005 + 0,02$ (Si%). fonction de la teneur en silicium, donnée par la norme.

III.3.2 - Structure de l'alliage non trempé

La structure micrographique de l'alliage I, brut de coulée, est constituée par des aiguilles de cémentite primaire entourées d'amas de perlite (micrographie A, 3). On rencontre très souvent des traces de martensite (tache noire au milieu de la micrographie, microdureté = 950 kg/mm^2) et des traces d'austénite. La macrodureté moyenne est de 400 kg/mm^2 (Vickers).

La présence d'austénite est due à l'influence du silicium. Cet élément a provoqué une surfusion favorable au maintien, après solidification, d'une partie du carbone en sursaturation dans l'austénite.

La micrographie (B, 3) relative à l'alliage II, met en évidence de grosses quantités de perlite lamellaire fine renfermant quelques rares plages d'austénite accompagnées d'un peu de martensite.

La micrographie (C, 3) relative à l'alliage III met en évidence une structure très fine qu'il faut relier à la teneur élevée de cet alliage en silicium. On observe quelques plages de perlite lamellaire grossière, mais surtout de la bainite et de la perlite très fine. Les traces blanches, très rares, sont probablement constituées par de la cémentite.

L'homogénéité des échantillons a été contrôlée à l'aide de mesures de dureté et nous n'avons conservé que ceux qui présentent la même dureté moyenne, à une unité près.

III.3.3 - Alliages trempés non revenus

Les échantillons ont subi une austénitisation de 20 minutes à 900°C pour les alliages II et III et à 1000°C pour l'alliage I dont l'équivalent de carbone est plus élevé. Ils ont subi ensuite une trempe étagée : depuis 1000°C ou 900°C à 0°C dans l'eau salée à 10 % de NaCl et de 0°C à - 196°C dans l'azote liquide.

L'immersion dans l'azote liquide conduit à la transformation de l'austénite résiduelle en martensite entre 0°C et - 196°C (15) (22) et cette transformation s'effectue surtout par ramification des aiguilles de martensite déjà formées entre 1000°C et 0°C.

Les micrographies A et B de la planche IV, relatives à l'alliage II (1,18 % C, 1,19 % Si) mettent bien en évidence l'aspect des microstructures obtenues selon le procédé de trempe : une trempe à l'eau à 0°C seule conduit à la formation de la martensite entourée d'une quantité importante d'austénite résiduelle. Cette structure est plus grossière que celle que l'on obtient par trempe dans l'azote liquide (B, 4) qui est essentiellement martensitique.

Il est tout à fait remarquable que les particules de graphite formées au cours de la graphitisation d'un alliage de structure martensitique sont d'autant plus fines que la structure martensitique de départ est elle-même plus fine. Nous reviendrons sur ce point un peu plus loin. L'état de départ des alliages trempés non revenus est donc constitué essentiellement de martensite α' , quadratique centrée, solution solide sursaturée

en carbone dans le fer.

Dans le tableau II suivant nous avons rassemblé les résultats de mesures de dureté correspondant aux trois types d'alliages, bruts de trempe martensitique.

Tableau II

Type	Dureté Vickers (kg/mm^2)
I	975 H_V
II	950 H_V
III	950 H_V

Lorsque la trempe a été effectuée uniquement dans de l'eau à 0°C , la dureté ne dépasse pas 860 kg/mm^2 (Vickers), ce qui est en accord avec la présence d'austénite résiduelle. Une mesure de microdureté donne, pour les plages austénitiques, une dureté de 300 kg/mm^2 et pour la martensite 950 kg/mm^2 .

III.3.4 - Alliages trempés puis revenus

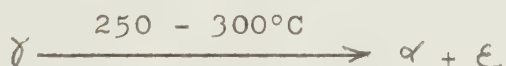
Les échantillons ont subi, après la trempe martensitique (eau salée à 0°C et azote liquide), un revenu isotherme. Nous choisirons la température et la durée du revenu en fonction de la nature des carbures que nous désirons obtenir. Nous avons, comme Paul Fau (15) cherché les températures remarquables de formation et de décomposition des carbures instables en traçant la courbe d'analyse thermodilatométrique en température croissante (figure 6A, B, C).

L'analyse de ces courbes dilatométriques conduit aux résultats suivants :

- Entre 120 - 210°C, la partie rectiligne de la courbe correspond à la décomposition de la martensite α' quadratique, en martensite à bas carbone α'' et en carbure hexagonal ξ :

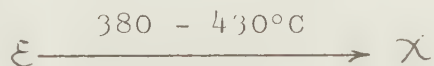


- Dans le cas où la trempe a été effectuée uniquement dans l'eau à 0°C, la courbe présente une expansion qui traduit la décomposition de l'austénite résiduelle γ en carbure ξ (A - figure 6).



- Dans les dilatométries (B et C) qui correspondent à la trempe étagée martensitique (eau salée à 0°C et azote liquide), l'expansion est remplacée par un palier qui traduit la stabilité du carbure ξ entre 210 et 380°C. Cet effet est dû à la présence du silicium. Paul Fau (15) avait déjà mis ce fait en évidence.

- Entre 380 et 430°C, le carbure ξ se décompose en carbure de Hägg



ce qui se traduit sur la courbe par une partie rectiligne.

- Entre 450 et 500°C, il y a une légère contraction qui correspond à la décomposition du carbure χ (ou de Hägg) en cémentite.



La décomposition de la cémentite intervient au delà de 500°C.

Ces résultats ont été trouvés par d'autres auteurs, par différentes méthodes et notamment par analyse thermomagnétique (Pomey - 12). L'examen au microscope électronique et par microdiffraction des électrons, confirme ces résultats. La simple identification de ces carbures ne donne aucun renseignement sur le mécanisme réel de ces transformations. On sait seulement que le chauffage fait passer d'un carbure plus riche en carbone à un carbure plus pauvre. On peut concevoir deux processus : une réaction du carbure riche sur la matrice de fer qui l'entoure ; une libération de carbone à partir du carbure le plus riche.

Le fait que la décomposition des carbures riches favorise la graphitisation et conduit à un graphite très dispersé, issu de très nombreux germes, constitue à notre avis, un argument très important en faveur du processus de transformation des carbures riches avec libération du carbone. Cette étude dilatométrique préliminaire nous a permis de choisir, pour le revenu, les températures remarquables suivantes :

220°C	}	Formation du carbure $\underline{\xi}$
310°C		
420°C		Décomposition du carbure $\underline{\xi}$ en carbure de Hägg
480°C		Décomposition du carbure $\underline{\chi}$ en cémentite
530°C		Début de la décomposition de la cémentite.

Nous avons tenu compte, dans ce choix, de l'influence du facteur temps qui contribue, lorsqu'il devient trop long, à amorcer des transformations qui se font ordinairement à des températures plus élevées.

La structure de départ des alliages revenus est constituée d'un mélange de phases carbures-ferrite et éventuellement cémentite provenant des carbures de transition (planche V - A, B, C).

Pour mieux se rendre compte de l'influence de la structure de trempe et de revenu sur la forme et la finesse du graphite formé, il convient de faire une étude comparative de la structure des graphites formés à partir de l'état brut de coulée, des états simplement trempés et des états trempés et revenus.

III.4 - Comparaison qualitative de la structure des différents graphites formés à partir de l'état brut de coulée, des états simplement trempés et des états trempés et revenus.

Le graphite formé au cours d'un maintien isotherme dans une matrice brute de coulée, de structure hétérogène, est constitué de particules plus ou moins déchiquetées (A, 6) et de grandes dimensions.

Le nombre de ces particules, soit environ $120/\text{mm}^2$, est relativement faible. Elles sont très souvent uniformément réparties dans la matrice (MC, 18) et ont tendance à se former aux interfaces austénite-cémentite (MA, 18). Lorsque la trempe a été effectuée uniquement dans l'eau à 0°C , la microstructure est formée d'aiguilles de martensite entourées d'austénite résiduelle (MA, 4). Cette structure est grossière. Par contre, celle que l'on obtient par trempe dans l'azote liquide est extrêmement fine (MB, 4).

De cette différence de structures de la matrice résulte une nette différence de forme, de dimensions, de densité et du nombre de particules de graphite. Les nodules formés à partir d'une matrice austénite-martensitique ont des formes et des dimensions beaucoup plus irrégulières que ceux qui naissent dans une matrice essentiellement martensitique (MA et B, 7).

Le nombre des particules formées à partir de cette dernière matrice est environ dix fois plus grand que le nombre de particules formées dans une matrice austénito-martensitique. Cependant, même dans ce dernier cas, le nombre de nodules au mm^2 reste extrêmement élevé par rapport au nombre de grains formés dans les alliages non trempés. Lorsque l'alliage a subi, après la trempe étagée martensitique (eau salée à 0°C et azote liquide), un revenu de longue durée à basse température (420°C), les particules de graphite sont encore plus fines et en plus grand nombre. Elles se présentent sous la forme de petites lamelles à contour très net ou de petits bâtonnets (M A, B et C, 8). Leur répartition est à peu près uniforme, mais il arrive que les particules aient tendance à se grouper en alignements dendritiques (M B, 1 et M C, 8).

Pomey (12) a montré, par observation en lumière polarisée, que chaque bâtonnet est un cristal unique dont l'orientation cristallographique est bien déterminée.

D'autres auteurs (23) (24) ont trouvé, par observation en lumière polarisée, un résultat tout à fait différent : d'après Morrogh et Williams (23), une particule de graphite sphéroïdal, formée dans une fonte contenant 0,046 % de cérium, serait constituée par la juxtaposition de plusieurs cristaux de graphite formant un contour hexagonal dont les côtés sont perpendiculaires à l'axe sénaire de chaque cristal.

D'après Hultgren (24), chaque bâtonnet serait plutôt constitué par la juxtaposition de plusieurs cristaux de graphite qui affectent la forme de courtes lamelles.

Puisque nous avons montré qu'un alliage trempé, puis revenu à basse température, renferme un nombre de particules de graphite beaucoup plus élevé qu'un alliage trempé, mais non revenu, nous pouvons dès à présent avancer qu'il se forme un grand nombre de germes de graphite au cours du revenu. Cependant, ces germes restent invisibles au microscope.

CHAPITRE IV

ETUDE, PAR DILATOMETRIE ISOTHERME, DE LA CINETIQUE DE GRAPHITISATION. - INFLUENCE DE L'ETAT INITIAL DE L'ALLIAGE.

Le but de cette étude est d'essayer de déterminer l'équation ou les équations représentant la cinétique de graphitisation et de mettre en évidence le phénomène qui règle cette cinétique. Les phénomènes susceptibles d'intervenir pour régler la cinétique de la graphitisation sont :

- la diffusion du carbone vers les germes de graphite.
- la diffusion du silicium et l'autodiffusion du fer, expulsés au cours de la croissance du germe de graphite.
- la croissance du graphite.

Le calcul des énergies d'activation, à partir des courbes expérimentales représentant la cinétique doit permettre de préciser quel est le phénomène prépondérant qui règle pratiquement cette cinétique.

IV.1 - Equations proposées pour représenter la cinétique de la graphitisation

De nombreux auteurs se sont penchés sur ce problème. Certains comme Pomey (12), Brown et Hawkes (16), Rosen et Taub (30) ont utilisé l'équation de Johnson et Mehl

$$x = 1 - \exp. - (K_1 t)^{n_1} \quad (1)$$

étendue aux cas où n est différent de 4.

D'autres, comme Laurent et Ferry (13), ont employé l'équation d'Austin et Rickett

$$x = (K_2 t)^{n_2} (1 - x) \quad (2)$$

Dans ces équations t représente le temps, x le degré d'avancement de la graphitisation ; K_1 et K_2 sont des coefficients qui dépendent de la température ; les exposants n_1 et n_2 sont, au contraire, indépendants de la température.

Ces deux équations s'appliquent aux systèmes hétérogènes dans lesquels une phase se développe au détriment d'une autre. Elles impliquent un processus de germination et croissance dans lequel la croissance est réglée par des phénomènes de diffusion.

Il est facile de comparer leur signification physique en les écrivant sous leurs formes différentielles :

$$\frac{1}{1-x} \frac{dx}{dt} = K_1 t^{n_1-1} \quad (1') \text{ équation de Johnson et Mehl}$$

$$\frac{1}{1-x} \frac{dx}{dt} = K_2 t^{n_2-1} (1-x) \quad (2') \text{ équation d'Austin et Rickett}$$

$\frac{1}{1-x} \frac{dx}{dt}$ représente la vitesse vraie de la transformation que nous appelons ainsi par opposition à la vitesse apparente $\frac{dx}{dt}$ qui ne tient pas compte du fait que la phase qui se transforme disparaît au fur et à mesure que la transformation avance (38) (19) (20).

Dans le cas de l'équation de Johnson et Mehl (1) ou (1'), cette vitesse vraie s'exprime de façon très simple en

fonction du temps seul ; dans celui de l'équation d'Austin et Rickett (2) ou (2'), son expression la plus simple fait intervenir à la fois le temps et la quantité restante $(1 - x)$ de la phase en cours de transformation qui intervient alors à la puissance 1.

Il faut observer que les équations de Johnson et Mehl d'une part, et d'Austin et Rickett de l'autre sont pratiquement confondues pour les faibles taux d'avancement de la transformation. On a alors :

$$x \simeq (Kt)^n \text{ avec évidemment } K = K_1 = K_2 \text{ et } n = n_1 = n_2.$$

Par contre, aux taux d'avancement élevés, l'exposant $\underline{n}_2$ de l'équation (2) d'Austin et Rickett est très nettement plus grand que l'exposant $\underline{n}_1$ de l'équation (1) pour la même valeur de $\underline{x}$.

On peut séparer les phénomènes de germination et de croissance des germes en écrivant $\underline{n}$ (c'est-à-dire soit n_1 , soit n_2) sous la forme :

$$n = 3 \alpha + \beta$$

$\underline{\alpha}$ représente une grandeur liée à la loi de croissance des particules supposées sphériques et $\underline{\beta}$ une grandeur liée aux phénomènes de germination.

Le facteur 3 qui affecte $\underline{\alpha}$ n'est valable que dans l'hypothèse où les particules sont sphériques.

En pratique, on vérifie la validité de l'une et de l'autre des formules (1) et (2) en linéarisant les courbes représentatives de ces expressions grâce à l'emploi des modes de représentation suivants :

$$\log_{10} \text{Log}_e \frac{1}{1-x} = n_1 \log_{10} K_1 + n_1 \log_{10} t \quad (1'')$$

$$\log_{10} \frac{x}{1-x} = n_2 \log_{10} K_2 + n_2 \log_{10} t \quad (2'')$$

Burke (27) a déjà montré que, dans le cas de la décomposition de l'austénite, on observe un ralentissement de la transformation lorsqu'elle est très avancée. Ce ralentissement est incompatible avec l'équation (1) de Mehl et Johnson. Par contre, la relation (2) ou (2'') d'Austin et Rickett le prévoit.

IV.2 - Résultats expérimentaux

Des expériences préliminaires nous ont montré que la graphitisation des alliages II et III, du type acier, est complète lorsqu'on l'effectue à une température appartenant au domaine d'équilibre $\alpha + \text{Fe}_3\text{C}$ de l'alliage considéré. Une éprouvette de 30 millimètres de longueur s'allonge invariablement d'environ 240 microns ce qui correspond à un allongement relatif de 0,8 %. Ce résultat est indépendant de l'état thermique de l'alliage : alliage brut de coulée, alliage trempé n'ayant subi aucun traitement de revenu à basse température, alliage trempé et revenu. Cependant, le phénomène est très lent dans le cas de l'alliage brut de coulée qui ne commence à graphitiser qu'au bout de 30 heures à 700°C.

Par contre, la graphitisation n'est que partielle lorsqu'on l'effectue dans le domaine $\delta + \text{Fe}_3\text{C}$. Elle est d'autant moins complète que la température est plus élevée. Comme il fallait le prévoir, l'austénite seule ne graphitise pas et même tend à dissoudre des particules de graphite que l'on aurait préalablement formées dans d'autres conditions. (voir chapitre VI).

Toutes les expériences de graphitisation que nous décrivons ici ont donc été effectuées entre 530°C et 926°C pour l'alliage I (domaine $\delta + \text{Fe}_3\text{C}$), 530°C et 770°C pour les alliages II et III. La température de 530°C est, pour tous ces alliages, la température à laquelle ils commencent à graphitiser dans l'état trempé ou dans l'état trempé puis revenu.

La comparaison de la cinétique de transformation de l'alliage brut de coulée et de l'alliage trempé puis revenu a été effectuée sur l'alliage I à 1,8 % de carbone et 1,5 % de silicium dans le large domaine de température 530 - 926°C. La comparaison entre l'état trempé sans revenu et l'état trempé puis revenu à basse température a été effectué sur l'alliage III à 1 % de carbone et 2 % de silicium. L'alliage II a été réservé pour l'étude structurale décrite au chapitre V.

IV.2.1 - Influence de la trempe suivie d'un revenu de 24 heures à 420°C sur la graphitisation de l'alliage I à 1,8 % de carbone et 1,5 % de silicium.

La figure 11 représentant les variations du degré d'avancement de la graphitisation en fonction de $\log t$ montre que la forme des courbes obtenues est un S qui est sensiblement symétrique par rapport aux taux d'avancement de 0,5. Toutes ces courbes sont pratiquement superposables par translation parallèle à l'axe des temps.

L'équation (1) de Johnson et Mehl :

$$x = 1 - \exp. - (K_1 t)^{n_1}$$

représente convenablement la cinétique de transformation jusqu'au taux d'avancement de 75 % comme le montrent les variations de $\log_{10} \log_e \frac{1}{1-x}$ en fonction de $\log t$ (figure 12).

Cette équation ne représente donc pas correctement la totalité du phénomène.

Par contre, l'équation d'Austin et Rickett (2) représente parfaitement la cinétique de graphitisation puisque les transformations (2") $\log \frac{x}{1-x}$, $\log t$ (figure 13), des courbes de la figure 11 sont des droites.

L'équation représentant la cinétique du phénomène est donc :

$$\frac{x}{1-x} = (k_2 t)^{\frac{n}{2}}$$

Laurent et Ferry (13) ont trouvé le même résultat sur des fontes blanches.

La figure 14 représente les courbes $x = f(\log t)$ obtenues sur le même alliage ayant subi une trempe étagée martensitique jusqu'à -196°C . On voit que ces courbes ne sont plus du tout symétriques. Leurs transformées $\log_{10} \text{Log}_e \frac{1}{1-x}$ en fonction de $\log_{10} t$ (figure 15) et $\log_{10} \frac{x}{1-x}$ en fonction de $\log_{10} t$ (figure 16) ne sont pas rectilignes. Aucune des deux équations proposées ne représente les phénomènes de façon satisfaisante. Pour interpréter cette cinétique de transformation, nous utilisons l'équation d'Austin et Rickett (2) (2') (2'') qui s'est révélée tout à fait correcte dans le cas de l'alliage brut de coulée. Il faut admettre que, dans la majeure partie de l'intervalle de transformation, deux phénomènes se superposent. Aux faibles degrés d'avancement, la graphitisation se fait à partir de germes formés au cours du revenu à 420°C . Aux degrés d'avancement élevés, ce sont des germes formés au cours du maintien de graphitisation lui-même qui se développent. Si l'on compare la cinétique de graphitisation sur l'alliage brut de coulée et sur l'alliage trempé puis revenu, on observe que :

- le domaine de graphitisation rapide se trouve à une température beaucoup plus basse dans le cas des alliages trempés puis revenus.

- les périodes d'incubation sont considérablement abaissées lorsque l'on effectue une trempe suivie de revenu. Il n'est pas possible d'établir ce fait de façon quantitative car, en pratique, nous avons tracé des isothermes correspondant à des températures extrêmement différentes.

- la graphitisation de l'alliage brut de coulée est un phénomène unique obéissant parfaitement à la loi d'Austin et Rickett alors que la graphitisation de l'alliage trempé, puis revenu, est un phénomène complexe résultant de la superposition de deux phénomènes : croissance de particules de graphite à partir de germes préexistants, d'une part ; formation de germes et croissance de ces germes de l'autre.

La mesure des énergies d'activation (paragraphe IV.3) confirme cette interprétation.

IV.2.2 - Influence des facteurs température et durée du revenu sur la cinétique de graphitisation de l'alliage III à 1 % de carbone et 2 % de silicium.

Les températures de graphitisation que nous avons choisies sont les suivantes :

530 - 634 - 716 et 770°C

Les trois premières correspondent, pour cet alliage, au domaine d'équilibre $\alpha + \text{Fe}_3\text{C}$, alors que la température de 770°C appartient au domaine d'équilibre $\gamma + \text{Fe}_3\text{C}$ (M : A et B - 9).

Tous les échantillons ont subi préalablement une trempe étagée (eau salée à 0°C et azote liquide). Chacun d'entre eux a subi, avant son introduction dans le tube de silice du dilatomètre, en vue de l'étude de la graphitisation, l'un des traitements suivants :

- (1) revenu 1 heure à 310°C
- (2) revenu 1 heure à 420°C
- (3) revenu 24 heures à 310°C
- (4) revenu 24 heures à 420°C

Naturellement, nous comparons ces échantillons à un

échantillon brut de trempe (0) pris comme référence. Nous avons groupé les courbes ayant subi la transformation (2") d'Austin et Rickett sur les figures 17 à 20.

L'influence d'un revenu d'une heure à 310°C est très faible.

Par contre, le revenu d'une heure à 420°C et le revenu de 24 heures à 310°C ont une influence certaine et le revenu de 24 heures à 420°C donne une courbe nettement séparée des autres. Les facteurs température et temps apparaissent comme des facteurs complémentaires. On retrouve là un fait courant dans le domaine du revenu à basse température (15).

L'influence du revenu à basse température se traduit de façon très différente selon que le maintien de graphitisation est effectué à une température appartenant au domaine d'équilibre ($\alpha + \text{Fe}_3\text{C}$) (figures 17 à 19) ou au domaine d'équilibre ($\gamma + \text{Fe}_3\text{C}$).

Pour des températures de graphitisation inférieures à 720°C environ, toutes les courbes ont sensiblement la même forme et se déduisent les unes des autres par une translation parallèle à l'axe des temps. A durée de revenu égale, l'accroissement de la température du revenu préalable diminue considérablement la durée de la période d'induction et réduit également la durée totale de la graphitisation. A température de revenu constante, la durée du revenu produit un effet analogue. Ce comportement d'ensemble et surtout l'influence du facteur durée du revenu à basse température nous semblent constituer un argument important en faveur de l'idée de la formation de germes de graphite au cours du revenu préalable. L'étude micrographique dont nous exposons les résultats au chapitre V confirme pleinement cette interprétation.

A la température de 770°C qui, pour les trois alliages que nous avons étudiés, appartient au domaine d'équilibre $\gamma + \text{Fe}_3\text{C}$, les courbes obtenues (figure 20) sur des échantillons ayant subi des revenus à des températures différentes et de durées différentes ne sont nettement séparées qu'au début de la graphitisation c'est-à-dire pour des degrés d'avancement inférieurs à 0,5 environ. Les facteurs température et temps agissent de la même manière que dans le cas précédent mais le facteur durée de revenu semble jouer un rôle encore plus important car les échantillons revenus 24 heures à 310°C et 24 heures à 420°C donnent des courbes assez voisines. Cette influence importante du facteur temps nous semble un argument de poids en faveur de l'hypothèse de la prégermination.

Lorsque la graphitisation est très avancée, l'influence des traitements préalables s'atténue de façon considérable. Les 5 courbes de la figure 20 sont pratiquement confondues pour les degrés d'avancement nettement supérieurs à 0,5. Il semble qu'alors le phénomène de germination au cours du maintien de graphitisation devienne prépondérant. Cette remarque rejoint une observation que nous avons faite au paragraphe IV.2.1 au sujet des courbes de la figure 16 tracées à partir de l'alliage I trempé puis revenu.

Le phénomène de croissance du graphite à partir des germes formés au cours du maintien de graphitisation obéit très bien à l'équation d'Austin et Rickett (2) (2') (2'') puisque les courbes représentatives de ce phénomène sont parfaitement rectilignes (figure 20)

IV.2.3 - Variations de l'exposant n de l'équation d'Austin et Rickett en fonction de la température de graphitisation θ_g

Cette étude a été effectuée sur l'alliage II contenant 1 % de carbone et 2 % de silicium trempé puis revenu

1 heure à 420°C. Les courbes 17 à 19 montrent que, dans ces conditions, l'influence du revenu préalable est importante lorsque la graphitisation est conduite à une température inférieure à 720°C.

Le tableau ci-après donne les valeurs de $\underline{n}$ obtenues au début ($x = 0,1$) et à la fin ($x = 0,9$) de la graphitisation.

Tableau III

Alliage III (1 % C, 2 % Si) revenu 1 heure à 420°C.

Domaines d'équilibre	θ °C	n pour $x = 0,1$	n pour $x = 0,9$
$\alpha + \text{Fe}_3\text{C}$	530	1,5	4,8
	634	1,65	4,27
	716	2,19	4,5
$\gamma + \text{Fe}_3\text{C}$	770	3,27	3,55

Pour les températures appartenant au domaine d'équilibre $\alpha + \text{Fe}_3\text{C}$ les valeurs de $\underline{n}$ en début et en fin de graphitisation, sont très différentes. L'expression $n = 3\alpha + \beta$ déjà donnée au paragraphe IV. rend bien compte de ce fait. Pour $x = 0,1$ la graphitisation à partir des germes préformés l'emporte et cela d'autant plus que la température de maintien de graphitisation est plus basse : le terme β lié à la germination est presque négligeable vis à vis du terme 3α lié à la croissance des germes. Pour $x = 0,9$, les termes 3α et β sont de même importance. $\underline{n}$ varie assez peu avec la température de graphitisation. Il a une valeur un peu supérieure à 4.

A 770°C, la température appartenant au domaine d'équilibre ($\gamma + \text{Fe}_3\text{C}$), les valeurs de n pour $x = 0,1$ et pour $x = 0,9$, sont assez peu différentes ce qui correspond au fait que la courbe de transformation, en représentation d'Austin et Rickett, (figure 20) est presque rectiligne. On peut admettre que la valeur $n = 3,5$ trouvée correspond à la croissance du graphite à partir de germes formés au cours du maintien de graphitisation. Les résultats des mesures d'énergie d'activation que nous allons exposer maintenant conduisent à des conclusions identiques.

IV.3 - Détermination des énergies d'activation

IV.3.1 - Principe

On sait que l'énergie d'activation de graphitisation Q peut être définie par l'équation d'Arrhénius :

$$I = A \exp. - \frac{Q}{RT} \quad (3)$$

dans laquelle I représente la vitesse initiale de graphitisation, A une constante appelée souvent facteur de fréquence, R la constante de Boltzmann ramenée à un atome-gramme et T la température absolue.

On peut écrire, en logarithmes népériens

$$\text{Log}_e I = \text{Log}_e A - \frac{Q}{RT} \quad (3')$$

Comme Burke (27), nous avons calculé l'énergie d'activation sans expliciter * la fonction $f(x)$ représentant la cinétique bien que nous ayons précédemment montré que cette cinétique satisfait approximativement à l'équation d'Austin et Rickett.

* Lorsque la cinétique satisfait à l'équation (2') d'Austin et Rickett, on peut écrire :

$$\log f(x) = \log\left(\frac{1}{R} \frac{dx}{dt}\right) = n_2 \log k_2 + (n_2 - 1) \log t + 2 \log (1-x) + \text{colog}$$

$$\frac{dx}{dt} = k f(x) \quad \text{donc}$$

$$dt = k^{-1} f^{-1}(x) dx$$

Le temps t_x nécessaire pour atteindre le taux d'avancement x s'écrit :

$$t_x = k^{-1} \int_0^x f^{-1}(x) dx$$

Si l'on suppose que $f(x)$ reste constant dans l'intervalle de températures, considéré ce qui est le cas aussi bien pour l'équation de Johnson et Mehl que pour l'équation d'Austin et Rickett, l'intégrale $\int_0^x f^{-1}(x) dx$ est constante pour un taux d'avancement x donné et t_x est proportionnel à k^{-1} c'est-à-dire, par définition de k , à $I^{-1} = \left(\frac{dx}{dt}\right)^{-1} = A^{-1} \exp. \frac{Q}{RT}$

D'où $\text{Log}_e t_x = \frac{Q}{RT} - \text{Log}_e B$ avec $B = \text{const. } A^{-1}$

$\text{Log}_e t_x$ varie donc linéairement en fonction de $\frac{1}{T}$. $\frac{Q}{R}$ est la pente de la droite qui représente ses variations.

On porte donc sur un diagramme les points expérimentaux $\text{Log}_e t_x, \frac{1}{T}$. Si l'on obtient une droite, sa pente mesure, au coefficient $\frac{1}{R}$ près, l'énergie d'activation de la graphitisation.

IV.3.2 - Résultats expérimentaux

Les figures 21 et 22 représentent les variations de t_x , temps nécessaire pour atteindre le taux de graphitisation x , en fonction de la température dans la représentation $\text{Log}_e t_x, \frac{1}{T}$ pour l'alliage I à 1,8 % de carbone et 1,5 % de silicium dans l'état brut de coulée (figure 21) et dans l'état trempé puis revenu 24 heures à 420°C (figure 22) pour différentes valeurs de x . On obtient un système de droites qui sont presque parallèles. L'énergie d'activation varie donc légèrement avec le taux x d'avancement de la transformation. Le tableau IV donne les résultats des mesures d'énergie d'activation Q .

Les figures 23, 24 et 25 ont été construites dans les mêmes conditions pour l'alliage III à 1 % de carbone et 2 % de silicium dans les états brut de trempe, trempé puis revenu 24 heures à 310°C et trempé puis revenu 24 heures à 420°C. Dans les trois états thermiques de cet alliage, on observe encore des variations non négligeables de l'énergie d'activation en fonction du taux d'avancement de la graphitisation. Le tableau V ci-après condense les résultats des mesures d'énergie d'activation.

On voit que, pour les alliages non trempés, l'énergie d'activation de la graphitisation est comprise entre 60.000 et 74.000 calories par atome-gramme. Ces valeurs sont en accord

Tableau IV

Alliage I (1,8 % C, 1,5 % Si) - Energies d'activation.

x	Non trempé Q en cal/atom.g.	Trempe étagée et revenu 24 h. à 420°C. Q en cal/at.g.
0,1	74.000	45.000
0,25	72.000	50.000
0,5	64.000	50.000
0,75	64.000	52.000
0,9	60.000	53.000

avec celles que Burke et Owen (28) ont trouvées pour des alliages synthétiques fer-carbone-silicium élaborés et recuits sous vide. Elles s'étalent en effet entre 58.000 et 74.000 calories par atome-gramme. Pearce et Evans (29) ont obtenu, pour une fonte synthétique, des valeurs comprises entre 63.000 et 66.000 calories par atome-gramme.

Mais le fait le plus important est la différence des valeurs obtenues d'une part sur l'alliage I pour l'état

brut de coulée et l'état trempé puis revenu 24 heures à 420°C (tableau IV), d'autre part, pour l'alliage III entre les états brut de trempe, trempé puis revenu 24 heures à 310°C et enfin trempé puis revenu 24 heures à 420°C. Ces différences s'expliquent par le fait que le terme énergie de germination est beaucoup moins important dans les alliages contenant déjà des germes créés par revenu à basse température.

Tableau V

Alliage III (1 % C, 2 % Si) trempe étagée (eau salée à 0°C et azote liquide) - Energies d'activation en cal./atome.g.

x	non revenu	revenu 24h. à 310°C	Revenu 24 h. à 420°C
0,1	32.000	30.000	29.000
0,3	38.000	31.000	30.000
0,5	40.000	32.000	30.000
0,7	41.000	33.000	32.000
0,91	41.000	38.000	33.000

Il faut constater que les plus faibles valeurs que nous obtenons, soit 30.000 calories par atome-gramme, sont nettement plus élevées que l'énergie d'activation de la diffusion du carbone dans le fer α soit 18.000 calories par atome-gramme. La première idée qui vient à l'esprit est que cette différence serait due au terme énergie d'activation de la germination qui aurait encore une valeur importante dans nos alliages. Mais cette explication n'est pas très vraisemblable parce que lorsque nous observons au microscope un échantillon ayant subi, après trempe, un revenu prolongé à basse température, nous ne voyons que du graphite diffus très fin et très dispersé. On n'observe pas de grosses particules qui provien-

draient de germes formés au cours de la graphitisation. Il est donc possible que la graphitisation soit réglée par la diffusion d'autres éléments que le carbone. C'est ainsi que l'autodiffusion du fer dans le fer α possède une énergie d'activation de 60.400 calories par atome-gramme, valeur qui est du même ordre de grandeur que l'énergie d'activation que nous avons mesurée sur l'alliage I brut de coulée. De même, l'énergie d'activation de la diffusion du silicium dans le fer α semble, d'après Pomey (12), être de l'ordre de 48.000 calories par atome-gramme. Cette valeur possède un ordre de grandeur qui paraît plus compatible avec les valeurs que nous avons nous même trouvées dans nos alliages.

Dans l'état actuel de nos connaissances, il ne semble pas que l'on puisse résoudre entièrement cet important problème.

CHAPITRE V

ETUDE STRUCTURALE DE LA GERMINATION ET DE LA CROISSANCE DES
PARTICULES DE GRAPHITE.

Comme nous l'avons déjà dit au chapitre III, les courbes d'analyse thermodilatométrique enregistrées au dilatomètre Chévenard, sous vide, nous ont permis de choisir les températures des traitements thermiques préalables. Rappelons ces températures :

220°C	}	Formation du carbure $\underline{\epsilon}$.
310°C		
420°C		Décomposition du carbure $\underline{\epsilon}$ en carbure $\underline{\chi}$ (ou de Hägg)
480°C		Décomposition du carbure $\underline{\chi}$ en cémentite Fe_3C
530°C		Début de décomposition de la cémentite.

V.1 - Variations du nombre de particules de graphite en fonction de la durée du revenu isotherme.

Cette étude a été faite sur l'alliage II (1,18 % C, 1,19 % Si). Les différentes éprouvettes cylindriques de 8 mm de diamètre et de 12 mm de hauteur ont subi, après la trempe étagée martensitique, un traitement de revenu isotherme suivi d'un maintien isotherme de graphitisation de 78 heures à 530°C.

Les durées de revenu s'échelonnent entre une heure et 200 heures. Le dénombrement des particules a été effectué comme nous l'avons indiqué au premier chapitre, au microscope optique, à fort grossissement, pour faciliter la numération.

L'examen aux microscopes optique et électronique permet de suivre l'évolution des carbures de revenu que nous avons, par ailleurs, identifiés par microdiffraction des électrons. Les résultats de la numération sont portés sur la figure 26 qui représente les variations du nombre de particules de graphite, rapporté au millimètre carré, en fonction de la durée du revenu.

Les courbes que nous avons obtenues pour les températures de revenu supérieures à 220°C présentent un point d'inflexion alors que celle qui correspond au revenu à cette température est parfaitement linéaire jusqu'à une durée de revenu de 100 heures.

La légère pente de l'isotherme 220°C mesure la vitesse de graphitisation à 530°C à partir de germes qui se forment spontanément à cette température. On retrouve une partie linéaire analogue, d'autant plus courte que la température de revenu est plus élevée, sur les autres isothermes. A partir d'une certaine durée de revenu, on observe une croissance rapide du nombre de particules.

Cette croissance du nombre de particules de graphite s'atténue pour les longues durées de revenu et n'augmente pratiquement plus au delà de 200 heures.

Le nombre de germes de graphite formés au cours du revenu à 420°C, pour des durées inférieures à 34 heures, est plus important que celui que l'on obtient pour les autres températures de revenu. Mais au delà de cette durée, il devient plus grand pour le revenu à 480°C. De même, au delà de 15 heures, le revenu à cette dernière température conduit à la formation d'une quantité plus grande de germes de graphite que le revenu à 310°C. Nous donnerons une explication de ce résultat un peu plus loin.

L'étude de l'évolution des carbures de fer précipités au cours du revenu, effectuée par examen au microscope électronique et par identification des clichés de microdiffraction des électrons (Tableau VI), permet l'interprétation de l'allure générale des isothermes de la figure 26.

Pour des durées de revenu inférieures à 10 heures (partie linéaire des isothermes de la figure 26), on note une augmentation du nombre de particules.

Nous pouvons relier cette augmentation du nombre de germes, à la présence d'une quantité importante de carbure $\underline{\epsilon}$ qui se forme pendant cette période et qui précipite sur les bords et à l'intérieur des anciennes aiguilles de martensite α' . Une partie de ce carbure, riche en carbone, se décompose en carbure $\underline{\chi}$ (ou de Hägg) moins riche, avec libération de particules ultra-fines de carbone.

Lorsque la durée de revenu atteint entre 10 et 100 heures, on observe une croissance rapide du nombre de germes. Les examens au microscope électronique et par microdiffraction des électrons (tableau VI), montrent qu'au cours de cette période la majeure partie du carbure $\underline{\epsilon}$ se décompose en carbure $\underline{\chi}$, avec libération de particules ultra-fines de carbone et qu'une quantité du carbure $\underline{\chi}$ se transforme en cémentite qui est plus pauvre en carbone que le carbure $\underline{\chi}$. La graphitisation est accélérée par ces traitements de revenu à basse température de longue durée dans une telle proportion et le graphite se trouve dans un état de dispersion tel que, seules les décompositions du carbure $\underline{\epsilon}$ et du carbure $\underline{\chi}$, très dispersés dans la matrice, sont capables de créer des germes aussi nombreux et aussi intimement liés aux particules de cémentite.

Microscopie électronique et microdiffraction des électrons

Tableau VI

Alliage II (1,18 % C, 1,19 % Si) - Trempe étagée (eau salée à 0°C et azote liquide).

Revenu		Carbures et éventuellement, particules de graphite identifiées.	Planche	Commentaires
Durée	Tempér.			
1 h.	310°C	Carbure ξ	X-A & B	<u>Carbure ξ</u> fibreux et très fin
10 h.	420°C	Carbure ξ Carbure χ	XI-A, B XI-C, D	Précipité du carbure ξ sur le bord d'une ancienne aiguille de martensite. Carbure de Hägg, χ , provenant de la transformation du carbure ξ .
24 h.	480°C	Carbure de Hägg Cémentite	XIII-A, B XIV -A, B XIV -A, C	La décomposition du carbure ξ est rapide à cette température. Les germes de graphite provenant de la transformation $\xi \rightarrow \chi$ sont noyés dans l'amas de carbures χ et Fe_3C , leur identification est très délicate.
130 h.	420°C	Carbure χ Cémentite coalescée	XII-A,B,C XII-A,B,C	La transformation du carbure χ en cémentite s'effectue avec libération de particules de carbone qui restent noyées dans l'amas de carbures χ et Fe_3C ce qui rend leur identification très difficile
175 h.	480°C	Carbure χ coalescé Cémentite + graphite, Graphite ultra-fin	XV-A, B XV-A, C XV-A, B XV-A, D	Les particules de graphite proviennent des transformations du carbure le plus riche en carbone en carbure le moins riche en carbone, avec libération du carbone, sont facilement identifiables pour les très longues durées de revenu à 420°C et 480°C. Leurs distances interréticulaires mesurées, correspondent bien à celles que nous avons calculées
24 h.	530°C	Graphite Carbure χ Cémentite	II-A,B,C et D XVI-A, B	Les germes de graphite se sont formés au cours de la graphitisation à 530°C; leurs dimensions après croissance sont assez grandes pour permettre de les distinguer des carbures χ et Fe_3C que renferme la matrice
36 h.	530°C	Graphite Cémentite	XVII-A,B,C	Idem, mais à côté des particules de graphite, on ne distingue que des amas de cémentite coalescée, provenant de la décomposition du carbure χ .
100 h.	530°C	Graphite (matrice ferritique)	VII-B	Les particules de graphite formées sont en plus grand nombre que dans le cas précédent (36h. à 530°C). Il n'y a plus de trace de cémentite.

Les processus des transformations de ces carbures peuvent s'écrire :



Ce qui est parfaitement compatible avec les formules Fe_2C (ε) et Fe_5C_2 (χ) qui ont été proposées (35) (40) (41) (42).

La figure 26 montre également qu'au début de la graphitisation, c'est-à-dire pour des durées inférieures à 10 heures, le nombre de germes formés croît lorsque la température croît entre 220 et 310°C puis décroît lorsque la température croît entre 420 et 480°C. Il semble donc qu'il existe une température comprise entre 310 et 420°C pour laquelle l'influence du revenu de maturation à basse température est maximale pour des revenus de moins de 10 heures.

Il s'agit très vraisemblablement de carbures qui se sont formés au cours du revenu à basse température - qui n'ont pas eu le temps de se décomposer pendant ce revenu et qui se décomposent à la température de graphitisation, ce qui crée des germes intimement liés à la cémentite. La croissance de la pente des parties linéaires des isothermes de la figure 26 lorsque la température croît s'explique bien dans le cadre de cette interprétation. C'est la quantité totale de carbures formés au cours du revenu qui est liée à cette pente.

Mais c'est le revenu à 480°C qui, par le processus de formation et de décomposition des carbures à basse température, est finalement le plus efficace puisqu'il conduit au bout de 200 heures à la formation de 66.000 particules de graphite par millimètre carré de surface contre 63.000 pour le revenu à 420°C.

Le tableau VII ci-après permet de comparer quantitativement les influences des revenus d'une durée de 50 heures aux températures de 220-310-420 et 480°C. La dernière colonne permet d'établir une corrélation entre le processus de germination du graphite et l'évolution des carbures.

Tableau VII

Alliage II (1,18 % C, 1,19 % Si) graphitisé 78 h. à 530°C.

Traitements	Nombre de germes de graphitisation au mm ²	Evolution des carbures de revenu	
Alliage brut de coulée	Pas de graphitisation	Néant	
Trempe à l'eau à 0°C (martensite + austénite)	1.600	Carbures ultra-fins d'inversion de la martensite	Négligeable
Trempe martensitique (eau salée 0°C et azote liquide)	13.000		peu nombreux
Trempe martensitique + revenu 50h. à 220°C	15.000		plus nombreux
Trempe martensitique + revenu 50h. à 310°C	40.000	Carbure $\underline{\epsilon}$ décomposé	
Trempe martensitique + revenu 50h. à 420°C	53.000	Carbures $\underline{\epsilon}$ et $\underline{\chi}$ décomposés	
Trempe martensitique + revenu 50h. à 480°C	56.000	Carbure $\underline{\chi}$ décomposé et cémentite	

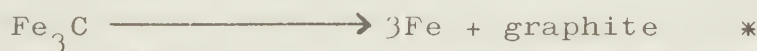
Une simple comparaison des différentes cases de ce tableau permet de voir que le nombre de germes de graphite subit un accroissement considérable lorsqu'une grande quantité de carbure $\underline{\epsilon}$ s'est décomposée en carbure $\underline{\chi}$. Ce nombre devient plus grand encore lorsque ce dernier carbure se décompose à son tour pour donner de la cémentite.

Le processus de germination du graphite dans les aciers trempés puis revenus se fait donc par superposition de deux phénomènes :

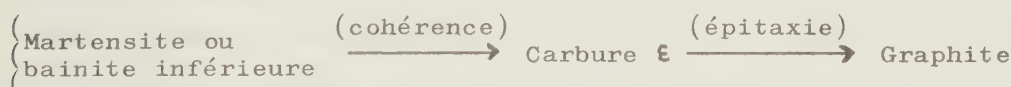
1 - Le premier correspond à une germination très active à partir du carbure $\underline{\epsilon}$ et du carbure $\underline{\chi}$



2 - Le second intervient surtout vers le début de la graphitisation ou vers la fin du revenu de très longue durée à basse température (480°C) et correspond à la réaction suivante :



* Signalons que Pomey (12) a décrit le mécanisme de la germination des aciers et des fontes trempés à l'aide du processus cristallographique suivant :



Il se produit, parallèlement à cette réaction, la transformation :



La figure 27 tirée des travaux de Pomey (12) illustre cette transformation par épitaxie. La décomposition du carbure $\underline{\chi}$ se fait sans libération de particules de carbone. Cette hypothèse, à elle seule, n'explique pas dans notre cas l'augmentation de germes de graphite obtenus pour les durées de revenu à 420°C et à 480°C, supérieures à 50 heures.

Par contre Jakovlev (14) pense plutôt que tous les germes de graphite viennent uniquement de la décomposition du carbure $\underline{\chi}$ avec précipitation du carbone. Cette hypothèse, à elle seule, n'explique pas l'augmentation importante de germes obtenus au cours du revenu à 310°C. A cette température, la décomposition du carbure $\underline{\chi}$ ne s'amorce qu'au delà de 50 heures, comme nous l'avons constaté.

V.2 - Variations de la dureté en fonction de la durée du revenu isotherme.

Parallèlement à l'étude de la variation du nombre de germes de graphite en fonction de la durée du revenu, nous avons procédé à des mesures de dureté.

Ces expériences ont été conduites sur les éprouvettes qui ont servi à l'étude précédente et les revenus ont été effectués aux mêmes températures, soit 220-310-420-480 et 530°C (figure 28).

Aux basses températures, c'est-à-dire entre 220 et 310°C, les variations de dureté sont presque nulles : ce n'est qu'au bout de 50 heures que l'on observe une diminution notable de la dureté.

Aux températures de 420 et 480°C, les variations de dureté sont plus grandes ; la pente des courbes varie régulièrement et pour les durées supérieures à 50 heures, on note une diminution rapide.

A 530°C, la dureté varie presque linéairement avec la durée au début du revenu jusqu'à une durée de 5 heures. Après 50 heures de revenu, on note une chute rapide de la dureté. La décroissance de la dureté aux températures de 220-310-420 et 480°C, pour les longues durées de revenu, doit être liée à la formation et à la décomposition de grandes quantités de carbures et probablement aussi à la présence de particules ultra-fines de graphite. D'ailleurs, la chute brusque de dureté que l'on note à partir de 10 heures de revenu à 530°C, correspond à la présence de particules de graphite issues des très nombreux germes formés au cours de la graphitisation à cette température.

L'examen au microscope optique de l'échantillon revenu 100 heures à cette température montre que la structure d'un tel échantillon est constituée de ferrite et de graphite (micrographie B, planche VII) et qu'il n'y a plus de trace de carbures.

La dureté met bien en évidence le début de formation de germes de graphite à partir des carbures de revenu.

V.3 - Processus de germination du graphite dans les alliages non trempés

Dans l'état brut de coulée au four à induction, les alliages II et III dont l'équivalent de carbone est de l'ordre de 1,5 %, ont un comportement à la graphitisation, très différent de celui de l'alliage I dont l'équivalent en carbone est d'environ 2,3 %.

C'est ainsi qu'à 870°C, les alliages II et III sont homogènes en phase gamma comme le montre la micrographie A de la planche XVIII obtenue sur l'alliage III refroidi lentement jusqu'à la température ordinaire. On obtient une structure formée de perlite et de cémentite proeutectoïde à l'exclusion de toute trace de cémentite proeutectique.

Il ne se produit aucune graphitisation même après un maintien de 60 heures à cette température.

A l'opposé, l'alliage I dont la structure à 870°C est $\gamma + \text{Fe}_3\text{C}$, graphitise nettement à cette température et même aux températures inférieures à 950°C, aussi bien lorsqu'il est brut de coulée que lorsqu'il a été austénitisé pendant 20 minutes à 1000°C puis refroidi rapidement jusqu'à la température de graphitisation. Nous avons noté que la structure des particules de graphite formées dans l'alliage I au cours d'un maintien isotherme de 72 heures à 810°C dépend, dans une

très large mesure, de la manière dont l'équilibre thermique, à cette température, a été atteint. Si l'on introduit rapidement l'alliage dans un four électrique préalablement porté à 810°C, on obtient de grosses particules déchiquetées (planche XVIII, micrographie A). Par contre, si l'on chauffe progressivement l'échantillon à une vitesse relativement faible de 300°C/heure, les particules de graphite formées au cours du maintien isotherme de 72 heures à 810°C sont plus petites et réparties de façon uniforme dans la matrice (planche XVIII, micrographie C).

Le même résultat est atteint lorsque l'on fait subir à l'échantillon brut de coulée un revenu préalable de 12 heures à 600°C (planche XVIII, micrographie D).

Cette observation rejoint celles d'un certain nombre d'auteurs (33) (34) et (13).

Elle montre, à notre avis, que la graphitisation des alliages non trempés est initiée par la formation de germes résultant de la décomposition de la cémentite proeutectoïde selon la réaction :



Un argument important en faveur de ce mécanisme est que nous n'avons observé aucune influence d'un revenu à une température inférieure à 600°C sur la graphitisation à 810°C des alliages non trempés. Or 600°C est précisément la température de décomposition de la cémentite proeutectoïde.

Notons cependant que dans nos alliages relativement riches en silicium, la réaction :



est également génératrice de germes de graphite. Nous désignons par $(\text{Fe}, \text{Si})_\alpha$ la solution solide ferromagnétique du silicium dans le fer alpha que l'on appelle généralement silicoferrite.

V.4 - Influence de la durée et de la température de graphitisation sur le nombre de particules de graphite.

Le nombre de particules de graphite formées au cours de la graphitisation dépend de la durée et de la température du maintien isotherme. Nous allons étudier l'influence de chacun de ces deux facteurs sur le nombre de particules formées, d'abord dans le cas des alliages non trempés, puis dans celui des alliages trempés.

V.4.1 - Variations du nombre de particules de graphite en fonction de la durée de graphitisation

- Alliage non trempé (1,8 % C, 1,5 % Si)

Les températures de graphitisation θ_G choisies, sont les suivantes : 873-900 et 926°C. Nous avons rassemblé sur la figure 29 les courbes représentant les variations du nombre de particules en fonction de la durée du maintien isotherme à ces températures. Ces trois courbes ont la même allure; après une période d'incubation, le nombre de particules de graphite croît linéairement, atteint un maximum puis diminue.

La période d'incubation est du même ordre de grandeur que celle que l'on obtient par enregistrement dilatométrique (figure 11). Au cours de cette période, aucune particule de graphite n'est visible au microscope optique.

La période qui suit (partie linéaire des courbes) correspond à une germination active. Elle se poursuit jusqu'au maximum de la courbe. Ce maximum correspond à un degré d'avancement de la graphitisation de 0,8 environ sur les courbes dilatométriques (figure 11). Nous montrerons au paragraphe V.5 que la croissance des particules de graphite vient se superposer

à cette germination.

Au cours de la troisième période, où l'on note une diminution du nombre de particules, il y a un ralentissement considérable de la graphitisation.

Nous pensons qu'il se produit à la fin de la réaction une dissolution des germes et des particules les moins développées, dans l'austénite qui se sature en carbone. Nous reviendrons sur ce phénomène au chapitre VI.

Cas des alliages trempés (1 % C, 2 % Si)

Les essais de graphitisation isotherme à 716°C ont été effectués sur l'alliage III, pris, d'une part, à l'état uniquement trempé, de l'autre à l'état trempé puis revenu 24 heures à 420°C. Nous avons comparé dans les deux cas les variations du nombre de particules en fonction de la durée du maintien à 716°C (figure 30 et 31).

Ces essais ont été accompagnés de mesures de dureté (figure 32).

Lorsque la durée de graphitisation augmente, le nombre de particules croît d'abord linéairement puis se stabilise en fin de réaction. La pente de la courbe relative à l'alliage non revenu est nettement plus faible que celle de la courbe relative à l'alliage revenu.

Dans le premier cas, les germes se forment spontanément à la température de graphitisation ; dans le second, une partie des germes de graphite s'est formée au cours du revenu préliminaire à 420°C.

Le nombre de particules formées dans l'alliage uniquement trempé est de $3.500/\text{mm}^2$ alors que pour l'alliage trempé puis revenu, ce nombre atteint $28.000/\text{mm}^2$ environ.

Les duretés Vickers atteintes après graphitisation sont également très différentes (figure 32) : 165 kg/mm^2 pour l'alliage trempé et 130 kg/mm^2 pour l'alliage revenu.

Pour voir si cette différence de dureté correspond bien à un accroissement des propriétés élastiques du métal, sans fragilisation excessive, nous avons effectué des essais de traction sur deux éprouvettes identiques dans lesquelles l'avancement de la graphitisation était déterminé par dilatométrie (figure 33 A et B). Le tableau VIII montre qu'effectivement l'alliage ayant subi un revenu est beaucoup plus plastique que l'alliage non traité avant graphitisation.

Tableau VIII

Alliage III (1 % C, 2 % Si) - trempe étagée (eau salée à 0°C et azote liquide) - graphitisation isotherme à 716°C .

Caractéristiques mécaniques	Non revenu (figure 33A)	Revenu 24 h. à 420°C (figure 33B)
Nombre de particules/ mm^2	3.500	28.000
Dureté Vickers (kg/mm^2)	165	130
Limite élastique conventionnelle kg/mm^2 (à 0,2 %)	48	23
Charge de rupture unitaire kg/mm^2	75	41
Allongement à la rupture kg/mm^2 %	16,5	23

V.4.2 - Variations du nombre de particules de graphite avec la température de graphitisation

La numération des particules de graphite est effectuée directement sur des éprouvettes dilatométriques après un traitement de graphitisation dont la fin est déterminée par dilatométrie.

Les résultats sont rassemblés sur les figures 34 et 35. Dans le cas de l'alliage non trempé I (1,8 % C, 1,5 % Si), graphitisé à l'état brut de coulée aux températures de 810-873-900 et 926°C (figure 34), on constate que le nombre de particules croît en même temps que la température de graphitisation.

Par contre, dans le cas de l'alliage trempé III (1 % C, 2 % Si), graphitisé à l'état brut de trempe et à l'état revenu à 420°C pendant 24 heures, aux températures de 530, 634 et 770°C, le nombre de particules diminue lorsque la température de graphitisation augmente (figure 35).

Nous pouvons expliquer cette différence considérable de comportement entre un alliage brut de coulée et un alliage trempé avec ou sans revenu par le fait que, dans le premier cas, la graphitisation se poursuit à partir de germes formés par décomposition de la cémentite au cours du maintien de graphitisation et dans le second, à partir de germes formés à basse température par transformation ou décomposition des carbures instables. Dans le cas de l'alliage que nous considérons comme non revenu, ce sont les carbures quasi-amorphes d'inversion de teinte de la martensite qui agissent. La différence entre les carbures (1) et (2) de la figure 35 s'explique par la rareté de ces carbures. Rappelons que, dans ces expériences, l'échantillon atteint la température de 530°C en moins de 10 secondes grâce à l'emploi d'un bain métallique. Pour atteindre la

température de 700°C, on ne peut plus employer d'autre milieu d'échange de chaleur que l'air et la durée de mise en équilibre est de l'ordre de 3 minutes.

V.5 - Etude de la loi de croissance des particules de graphite

L'étude de la cinétique de graphitisation et en particulier les ordres de grandeurs que nous avons obtenus pour les énergies d'activation, nous ont conduit à penser que ce phénomène est réglé par des phénomènes de diffusion. L'étude de la loi de croissance des particules de graphite devrait apporter des arguments plus directs en faveur ou à l'encontre de cette hypothèse.

En effet, Zener (37) a montré, à partir de la première loi de Fick, (écoulement en régime permanent) que la loi de grossissement du rayon d'une particule sphérique précipitée à partir d'une solution solide homogène est de la forme :

$$r = K \sqrt{Dt}$$

où r désigne le rayon de la particule, D le coefficient de diffusion de l'élément qui diffuse, t le temps et K un coefficient sans dimension.

De nombreux auteurs (16) (17) (30) (13) ont essayé de vérifier expérimentalement cette équation en mesurant, au microscope, le diamètre des plus gros nodules visibles. Les avis sont très souvent partagés sur la validité de cette loi et ces divergences nous ont semblé provenir surtout de l'absence d'une définition nette des bords de particules qui sont fréquemment très déchiquetées.

L'originalité de notre travail réside dans l'emploi systématique de la méthode d'enregistrement microphotométrique des micrographies pour la détermination des dimensions

de toutes les particules de graphite qui appartiennent à des zones d'exploration choisies, tout à fait au hasard, parmi celles qui renferment des particules.

Résultats expérimentaux

Nous avons rassemblé les résultats obtenus sur les figures 36 et 37 en portant directement le carré du diamètre des particules en fonction de la durée de graphitisation.

Quel que soit l'état initial des alliages avant la graphitisation, état non trempé, état trempé non revenu, et état trempé puis revenu, la croissance des particules de graphite suit bien une loi parabolique. Il semble donc que le phénomène qui règle cette croissance des particules est bien un phénomène de diffusion. Mais le calcul des énergies d'activation exposé au chapitre IV indique qu'il est peu vraisemblable que ce soit la diffusion du carbone qui règle la graphitisation. L'autodiffusion du fer et la diffusion du silicium pourraient, par contre, jouer un rôle très important.

CHAPITRE VI

DISSOLUTION PARTIELLE DU GRAPHITE DIFFUS DANS L'AUSTENITE.

Au cours de notre étude sur les variations, en fonction de la durée de graphitisation (V, 4.1), du nombre de particules de graphite, dans les alliages non trempés, nous avons constaté que ce nombre diminue à la fin de la réaction. Nous avons pensé que cette diminution doit s'expliquer par la redissolution dans l'austénite d'une partie des germes de graphite.

Nous avons également souligné la disparition d'une partie des particules de graphite les moins développées lorsque le traitement isotherme de graphitisation est effectué dans le domaine γ + cémentite. Nous avons constaté alors que le nombre de particules diminue lorsque la température augmente et que les particules formées dans ce domaine sont très fines et ont tendance à s'aligner sur les anciens joints de grains austénitiques (micrographie B, planche XIX).

Ce résultat nous a amené à chercher ce que devient le graphite d'un échantillon complètement graphitisé en domaine α + Fe_3C lorsqu'on le porte à 900°C , dans le domaine austénitique.

Pour mener à bien cette étude nous avons pris une rondelle de l'alliage III (1 % C, 2 % Si) que nous avons austénitisée 30 minutes à 900°C , trempée dans l'eau salée à 0°C puis dans l'azote liquide, soumise à un revenu de 24 heures à 420°C et enfin graphitisée sous argon pendant 48 heures à 716°C .

Les petits échantillons de même forme, obtenus à partir de cette rondelle graphitisée présentent pratiquement la même dureté de 130 kg/mm^2 (Vickers). Leur structure est la même : ferrite + graphite. Le nombre de particules formées est de l'ordre de $16.000/\text{mm}^2$.

Chaque échantillon est introduit dans un tube de vycor dans lequel on fait le vide et que l'on scelle ensuite. Ce tube est introduit dans un four électrique porté au préalable à 900°C . On soumet alors l'échantillon à un maintien isotherme dans le domaine austénitique. Après chaque maintien, le tube est cassé à sa sortie du four et l'échantillon est trempé dans l'eau salée à 0°C . Au cours de cette opération, nous n'avons observé aucune trace de réaction entre le tube de vycor et notre alliage.

Nous avons rassemblé les résultats de ces essais sur la figure 38. Nous avons porté en ordonnées le nombre de particules qui restent non dissoutes après chaque maintien à 900°C . Cette courbe montre de façon extrêmement nette que le maintien à cette température dissout dans l'austénite un grand nombre de particules de graphite.

Nous avons procédé après chaque maintien dans le domaine γ à des contrôles de la dureté des échantillons trempés (figure 39). Lorsque la durée de maintien dans ce domaine augmente, le nombre de particules non dissoutes diminue lentement au début puis de plus en plus rapidement. Il se stabilise au bout d'une cinquantaine d'heures. La dureté mesurée sur échantillon trempé croît en même temps que la durée du maintien et atteint 900 kg/mm^2 (Vickers) pour les longues durées. Après un séjour de 50 heures à 900°C , il

reste, dans l'austénite, seulement 6.000 particules non dissoutes par mm^2 . La structure de l'alliage trempé à 0°C à l'eau salée après un tel recuit est austénito-martensitique (micrographie A et C, planche XXI).

Il s'agit d'une véritable dissolution du graphite dans l'austénite qui se sature en carbone et non d'un phénomène de coalescence comme l'ont affirmé Brown, Hawkes (16) et Wilcock (3).

Les micrographies A et B, planche XX et A, B, C de la planche XXI, illustrent bien ce phénomène. Il faut rapprocher cette propriété de l'austénite du fait que les alliages II et III, à faible équivalent de carbone, ne graphitisent pas dans l'état brut de coulée lorsqu'on les porte à leur température d'austénitisation. Rappelons qu'au contraire l'alliage I, à équivalent de carbone voisine de 2,3 %, graphitise lorsqu'on le place dans les mêmes conditions.

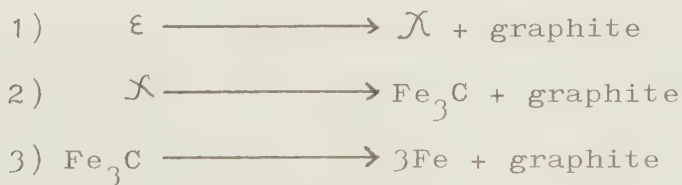
CONCLUSIONS

- 1 - La graphitisation a été étudiée par analyse thermodilatométrique en condition isotherme, par micrographie optique micrographie électronique et microdiffraction des électrons. Des essais de dureté et de microdureté ont permis de contrôler l'évolution de la matrice. L'étude micrographique a été rendue quantitative grâce à des numérations des particules de graphite et à des évaluations des dimensions linéaires de ces particules par enregistrement microphotométrique sur micrographies.
- 2 - Grâce à l'ensemble de ces procédés de recherche qui sont complémentaires, nous avons pu comprendre d'abord le mécanisme de graphitisation des aciers non trempés, puis le mécanisme de graphitisation des aciers trempés et revenus. Pour étudier ce dernier nous avons entrepris une étude systématique de l'influence de maintiens isothermes à basse température sur la germination du graphite. Une étude préliminaire des transformations des carbures nous a permis de choisir les températures de maintien de façon à provoquer soit la formation, soit la décomposition des carbures. Les échantillons contenant de 1 à 1,8 % de carbone et de 1 à 2 % de silicium, ont subi une trempe étagée depuis 1000°C ou 900°C jusqu'à 0°C, puis de 0°C à - 196°C. Ils ont ainsi une structure pratiquement homogène. Le nombre de particules de graphite alors obtenues est considérable.

Il devient encore plus grand lorsque l'échantillon a subi un traitement de maturation à basse température. Plus la durée de ce revenu est longue, plus le nombre de particules de graphite formées est grand. Seules les décompositions du carbure $\underline{\epsilon}$ et du carbure $\underline{\chi}$, très dispersés dans la matrice sont capables de créer des germes aussi nombreux et aussi intimement liés aux particules de cémentite.

On peut donc orienter la graphitisation aux températures élevées en créant, par traitement prolongé de maturation entre 420 et 480°C, des germes actifs de graphite qui, très nombreux et très dispersés dans la matrice, conduisent à la formation du graphite appelé graphite diffus par Jacques Pomey (12).

Le mécanisme de la germination du graphite dans les aciers trempés, puis revenus, est le suivant :



La troisième réaction intervient surtout à la fin d'un revenu de très longue durée à 480°C ou vers le début de la graphitisation à plus haute température.

A l'appui de ce mécanisme, nous avons observé que lorsque la température de graphitisation augmente, le nombre de particules de graphite diminue.

Par contre, la germination du graphite dans les aciers non trempés, se fait à partir de la cémentite proeutectoïde par la réaction suivante :



Les germes se forment spontanément à la température de graphitisation.

A l'appui de ce mécanisme, il faut mentionner que lorsque la température de graphitisation augmente, le nombre de particules de graphite augmente également.

3 - Nous avons noté des différences dans la cinétique de graphitisation des aciers non trempés et dans celle des aciers trempés puis revenus :

- La cinétique de graphitisation des aciers non trempés ne peut être représentée par l'équation (1) de Johnson et Mehl que pour les degrés d'avancement inférieurs à 75 %

$$x = 1 - \exp. - (Kt)^n \quad (1)$$

Par contre, elle peut être représentée dans le domaine global $0 \leq x \leq 1$ par l'équation d'Austin et Rickett (2).

$$\frac{x}{1-x} = (Kt)^n \quad (2)$$

- La cinétique de graphitisation des aciers trempés puis revenus ne peut être représentée par aucune des deux équations précédentes. Cependant, l'équation (2) d'Austin et Rickett, permet de distinguer la graphitisation des carbures de revenu qui se produit au début du maintien isotherme, de la graphitisation de la cémentite formée au cours de ce maintien. Il faut noter que ce dernier phénomène ne devient vraiment important que vers la fin du maintien isotherme de graphitisation. Les deux processus se superposent pendant la majeure partie du temps de maintien. La microscopie quantitative confirme ce résultat.

- 4 - L'influence du revenu à basse température, sur la cinétique de graphitisation des aciers trempés puis revenus, se traduit par :
- une réduction de la période d'incubation
 - une réduction de la durée totale de graphitisation
 - un décalage de la courbe représentant le degré d'avancement de la graphitisation en fonction du logarithme du temps. Ce décalage agit dans le même sens qu'une augmentation de la température de maintien isotherme.

La présence d'un grand nombre de particules de graphite diffus donne au métal de bonnes propriétés élastiques.

- 5 - La vérification de la loi parabolique de croissance des particules de graphite montre que le phénomène qui règle la cinétique de graphitisation dans les deux cas est un phénomène de diffusion. Le calcul des énergies d'activation indique qu'il est très peu vraisemblable que ce soit la diffusion du carbone qui joue ce rôle. Par contre, l'auto-diffusion du fer et la diffusion du silicium pourraient être les phénomènes clefs qui règlent la cinétique de graphitisation.

- 6 - Nous avons enfin noté que lorsque la durée de graphitisation des aciers non trempés augmente, le nombre de particules croît linéairement, atteint un maximum puis diminue. Nous attribuons cette décroissance à la redissolution des particules de graphite dans l'austénite.

Par contre, le nombre de particules de graphite formées dans les aciers trempés et revenus, augmente rapidement et se stabilise lorsque la durée de graphitisation augmente.

Mais lorsqu'on porte à la température d'austénitisation un échantillon ayant graphitisé dans le domaine $\alpha + \text{Fe}_3\text{C}$, après trempe suivie de revenu à basse température, on constate qu'une grande quantité du graphite diffus formé au cours de cette graphitisation, se dissout dans l'austénite qu'il sature en carbone.

ANNEXE I

Répartition statistique des particules de graphite dans la matrice

Précision des résultats relatifs à la numération (cas du revenu à 420°C)

La croissance des germes formés au cours du revenu et au cours du maintien isotherme de graphitisation est assurée par apport du carbone qui provient de la décomposition de la cémentite. La probabilité de croissance est alors la même pour tous les germes puisque la croissance est contrôlée par un même phénomène.

Ceci conduit à une répartition spatiale statistiquement régulière et à une distribution statistique étroite du nombre de particules de graphite autour de la moyenne.

Nous avons vérifié cette distribution étroite autour de la moyenne par un calcul statistique pour chaque durée de revenu à 420°C. Nous avons calculé les écarts types relatifs à 10 mesures pour chaque échantillon ainsi que les intervalles de confiance correspondants. Dans ce qui suit, nous allons donner deux exemples particuliers de calcul, puis un tableau où nous avons rassemblé tous les résultats relatifs au revenu à 420°C.

L'erreur relative qui en résulte est très souvent comprise entre $\frac{3,5}{100}$ et $\frac{4,5}{100}$.

Tableau 1

(Revenu de 2 h. à 420°C)

N° de plage	Nombre de nodules/mm ² $N \times 10^{-3}$	$\epsilon = (\bar{N} - N) \cdot 10^{-3}$	$\epsilon^2 \times 10^{-6}$
1	34	1	1
2	35	0	0
3	34	1	1
4	36	1	1
5	38	3	9
6	39	4	16
7	35	0	0
8	34	1	1
9	33	2	4
10	32	3	9
Sommes	350	16	42

L'écart type $\sigma = \sqrt{\frac{\sum \epsilon^2}{9}} \cdot 10^3$ 9 = degré de liberté

- . valeur moyenne $\bar{N} = 35.000$ nodules/mm²
- . Pour une probabilité de 95 % $t = 2,3$ (le coefficient t est donné par un tableau, en fonction du degré de liberté qui est égal au nombre de mesures - 1).
- . Il y a 95 % de chances pour que toute nouvelle mesure conduise à un nombre de nodules compris dans l'intervalle de confiance suivant :

$$\bar{N} - t \cdot \sigma < \bar{N}_i < \bar{N} + t \cdot \sigma$$

$$35 - 2,3 \times 2,16 < \bar{N}_i \cdot 10^{-3} < 35 + 2,3 \times 2,16$$

soit $\underline{30,05 < \bar{N}_i \cdot 10^{-3} < 39,95}$

- . L'écart type de la moyenne de 10 mesures est

$$\sigma_m = \frac{\sigma}{\sqrt{10}} = \frac{2,16 \cdot 10^{-3}}{\sqrt{10}} = 0,685 \cdot 10^{-3}$$

- . Il y a donc 95 % de chances pour que la valeur vraie $\bar{N}_v$ du nombre de nodules soit comprise dans l'intervalle de confiance

$$\bar{N} - t \cdot \sigma_m < \bar{N}_v < \bar{N} + t \cdot \sigma_m \quad \text{soit}$$

$$33.430 < \bar{N}_v < 36.570$$

- . L'erreur relative est alors de $\frac{4,2}{100}$

Tableau 2

Revenu 5 heures à 420°C

N° de plage	Nombre de nodules/mm ² $N \times 10^{-3}$	$\xi \times 10^{-3}$	ξ^2 $\times 10^{-6}$
1	35	3	9
2	36	2	4
3	37	1	1
4	39	1	1
5	42	4	16
6	41	3	9
7	40	2	4
8	37	1	1
9	36	2	4
10	37	1	1
Sommes	380	16	50

$$\sigma = \frac{\sqrt{50}}{9} \cdot 10^3 = 2,35 \cdot 10^3$$

- . valeur moyenne $\bar{N} = 38.000$ nodules/mm²
- . Il y a 95 % de chances pour que toute nouvelle mesure, conduite à un nombre de nodules compris dans l'intervalle de confiance suivant :

$$32,6 < \bar{N}_i \cdot 10^{-3} < 43,4$$

- . L'écart type de la moyenne des 10 mesures est :

$$\sigma_m = \frac{\sigma_{10^3}}{\sqrt{10}} = 0,743 \cdot 10^3$$

Il y a donc 95 % de chances pour que la valeur vraie $\bar{N}_v$ du nombre de nodules/mm² soit comprise dans l'intervalle de confiance suivant :

$$\underline{36.290 < \bar{N}_v < 39.710}$$

L'erreur relative est donc de $\frac{4,4}{100}$.

Tableau 3

Précision des résultats de la numération relative au revenu à 420°C. Nombre de degrés de

liberté = 9 (Pour une probabilité de 95 %, $t = 2,3$)

Durée de revenu (heures)	Valeur moyenne de 10 mesures $\bar{N}/\text{mm}^2 \times 10^{-3}$	Ecart type $\sigma \times 10^{-3}$	Intervalle de confiance $\bar{N} - \sigma \cdot t < \bar{N}_i < \bar{N} + \sigma \cdot t$ *	Ecart type de 10 mesures $\sigma_m = \frac{\sigma}{\sqrt{10}}$ ($\times 10^{-3}$)	Intervalle de confiance de la valeur vraie $\bar{N}$ $\bar{N} - t \cdot \sigma_m < \bar{N}_v < \bar{N} + t \cdot \sigma_m$
1	34	2,53	28.150 < $\bar{N}_i$ < 39.850	0,806	32.150 < $\bar{N}_v$ < 35.850
2	35	2,16	30.050 < $\bar{N}_i$ < 39.950	0,685	33.430 < $\bar{N}_v$ < 36.570
5	38	2,35	32.600 < $\bar{N}_i$ < 43.400	0,743	36.290 < $\bar{N}_v$ < 39.710
10	41,5	1,95	36.520 < $\bar{N}_i$ < 45.480	0,616	40.090 < $\bar{N}_v$ < 42.910
24	46,5	2,12	41.630 < $\bar{N}_i$ < 51.370	0,67	44.960 < $\bar{N}_v$ < 48.040
50	53	2,05	48.290 < $\bar{N}_i$ < 57.710	0,648	51.510 < $\bar{N}_v$ < 54.490
100	59,5	2,21	54.420 < $\bar{N}_i$ < 64.580	0,7	57.900 < $\bar{N}_v$ < 61.100
150	62	2,14	57.080 < $\bar{N}_i$ < 66.920	0,677	60.450 < $\bar{N}_v$ < 63.550
200	64	1,96	59.490 < $\bar{N}_i$ < 68.510	0,62	62.580 < $\bar{N}_v$ < 65.420

* (Toute nouvelle mesure à 95 % de chances d'être comprise dans cet intervalle).

ANNEXE II

Résultats des calculs des clichés de microdiffraction des électrons

a) GRAPHITE

h k l	d_{hkl} (Å) calc. *	d_{hkl} mes.
0 0 2	3,34	3,346
1 0 0	2,13	2,119)
1 0 1	2,03	2,090)
0 0 4	1,67	1,688
1 1 0	1,23	1,235
0 0 6	1,11	1,116
2 0 0	1,06	1,068

* Le calcul est fait à partir des valeurs données par Nelson et Riley (43) (44).

b) CARBURE ϵ (hexagonal)

h k . l	d_{hkl} (Å) calc. **	d_{hkl} (Å) mes.
0 1 $\bar{1}$ 1	2,08	2,074
0 1 $\bar{1}$ 2	1,60	1,60
1 1 $\bar{2}$ 0	1,36	1,362
0 1 $\bar{1}$ 3	1,23	1,230
0 2 $\bar{2}$ 1	1,15	1,156
0 2 $\bar{2}$ 2	1,03	1,040
1 2 $\bar{3}$ 0	0,91	0,898

** Le calcul est fait à partir des valeurs données par Hoffer (40).

c) CARBURE DE HAGG (ou X)

h k l (0)	(1) $d_{hkl}(\text{\AA})$ calc.***	$d_{hkl}(\text{\AA})$ mes. (2)
0 0 2	2,506	2,543
3 1 1	2,427	) 2,384
5 1 0	2,301	)
0 2 0	2,287	) 2,242
2 0 2	2,193	)
2 2 0	2,124	) 2,120
1 1 2	2,114	)
0 2 1	2,081	)
2 2 1	1,923	) non séparées
6 0 0	1,912	)
5 1 1	1,824	)
3 1 2	1,817	1,816
4 2 0	1,790	1,784
4 0 2	1,774	1,734
.....		
2 2 2	1,583	) 1,589
7 1 0	1,543	)
1 1 3	1,530	) non séparées
1 3 0	1,511	1,513
.....		
3 3 0	1,416	1,412
.....		
1 3 2	1,284	) 1,301
2 2 3	1,283	)
0 0 4	1,253	) non séparées
7 1 2	1,246	)
9 1 0	1,228	1,230
.....		
9 1 1	1,159	)
8 2 1	1,151	) 1,156 non sépar.
.....		
0 2 4	1,099	)
2 4 1	1,088	) 1,090 non sépar.

*** Le calcul est fait à partir des valeurs données par Michel (45).

BIBLIOGRAPHIE

- (1) D. SAITO, H. SAWAMURA Brevet japonais n° 74739 (17.7.26)
Brevet allemand n° 490191 (22.4.27)
- (2) D. SAITO, H. SAWAMURA Mem. of Col. of Eng. Kyoto Imperial
University, V (1927) 1-60
- (3) H.A. SCHWARTZ Making malleable iron castings
Brevet USA n° 1688438 (23.10.1928)
- (4) H.A. SCHWARTZ, H.H. JOHNSON Graphitization of prequenched
C.H. JUNGE white cast iron Trans. Asst. 17
(1930), 383-409
- (5) A. PORTEVIN, P. CHEVENARD La graphitisation des aciers à
basses températures
C.R.Ac.Sc. 193, (1931), 169
- (6) A.G.E. HULTGREN Method of producing malleable iron
Brevet USA n° 2185894 (2.1.1940)
- (7) A. HULTGREN, O. EDSTROM Grafitbildning vid upp hetting av
martensit Jernkintosets annaler,
Stockholm 126 (1942) 83-107
- (8) O.W. SIMMONS Transactions of the American Socie-
ty for metals 32 (1944) 255-269
- (9) PELABON, IVERNEL Bulletin du Cercle d'Etudes des
Métaux, mars 1948. (Saint-Etienne)
- (10) P. LAURENT, M. FERRY Graphitisation des fontes blanches
prétrempées Rev. Mét. 48, n° 10
(1949) 695-698
- (11) J. POMEY, A. VERAGEN, P. MATHON Mécanisme de la germination
du graphite des fontes blanches
prétrempées C.R. Ac. Sc. 239, (1954)
1495-1497
Le Génie Civil (15.1.1955) 35
- (12) J. POMEY La fonte à graphite diffus de recuit
Rev. Mét. LV 7-8 (1958) 638-649 et
725-747
- (13) P. LAURENT, M. FERRY Etude sur la germination du graphite
et la cinétique de la graphitisation
des fontes blanches prétrempées
Fonderie V 149-152 (1958) 53.
- (14) B. JAKOVLEV Rôles des carbures de fer ε et χ
dans le processus de la graphitisa-
tion Varsovie
S.F.M. Journées Automne (1964) 12-16

- (15) P. FAU Thèse, Nancy, Avril 1966
- (16) B.F. BROWN, M.F. HAWKES Kinetics of graphitization in cast iron, Transactions of the American Foundrymen's Society 59 (1951) 181-200
- (17) S.W. OWEN, J. WILCOCK Reactions involved in the first stage graphitization of iron-carbone-silicon alloys. Int. iron and steel Inst. (1956) 38-43
- (18) J. DELAPLACE Thèse, Nancy, Septembre 1959
- (19) M. DEGOIS Thèse, Nancy, Juillet 1962
- (20) C. COLLOT Thèse, Nancy, Septembre 1962
- (21) G. DONZE Thèse, Nancy, Septembre 1958
- (22) J. POMEY, R. LAFONT, L. ABEL La formation du graphite de recuit dans les aciers et les fontes blanches C.R. Ac. Sc. 7 (1958) 1044-46
- (23) H. MORROGH, W.J. WILLIAMS The production of nodular graphite structures in cast iron Discussion J. of the iron and steel (1948) 306-322 et (1948) 21-29
- (24) A. HULTGREN, G. OSTBERG Structural changes during annealing of white cast iron of high Si, Mn ratios Including the formation of spherulitic and non sphérulitic graphite and changes in sulphide inclusions J. of the iron and steel Inst. 176 (1954) 351-365
- (25) W.A. JOHNSON, R.R. MEHL Trans. Amer. Inst. Min. Met. Eng. 135 (1939) p. 416
- (26) J.B. AUSTIN, RICKETT Met. Tech. (1938) T.P. 764 Trans. Amer. Inst. Min. Eng. 135 (1939) 396
- (27) J. BURKE The kinetics of phase transformations in metals (1965) 51
- (28) J. BURKE, W.S. OWEN Kinetics of first stage graphitization in iron-carbone-silicon alloys J. Iron and steel Inst. 176 (1954) 147-155
- (29) K. PEARCE, P.E. EVANS Graphitisation d'un alliage Fe-C-Si pur J. Iron and Steel Inst. (1965) 474
- (30) A. ROSEN, TAUB Acta Metallurgica (1962) 501
- (31) E.D. HARRY J. Iron and Steel Inst. 178 (1954) 109-112

- (32) R. FAIVRE Cours de métallographie de la fonte et de l'acier, Nancy (1965) p. 65
- (33) AUSTIN, FETZER Trans. Amer. Society for metals 35 (1945) 485
- (34) R.W. EMERSON Trans. Amer. Society of mechanical Eng. 66 (1944) 5-15
- (35) K.H. JACK Proc. Roy. Soc. London 195 (1949) 56
- (36) J. WILCOCK Graphitisation dans les fontes Conférence de Printemps (1955) Université de Birmingham
- (37) C. ZENER J. of Applied Physics (1949) 950
- (38) R. FAIVRE Cours de Physique du Métal Analyse thermique et Essais mécaniques (ENSMIM - 1961) p. 298
- (39) G. HAGG Zeitschrift für Kristal 89 (1934)
- (40) L.J.E. HOFFER, E.M. COHEN, J. PEEBLES Amer. Soc. (1949) 71
- (41) S. OKETANI, JJ. TRILLAT Métaux, corrosion industries n° 308 (1951) 145
- (42) J.P. SENATEUR, R. FRUCHART C.R.Ac. Sc. 256 (1963) 3114
- (43) J.B. NELSON, D.P. RILEY Proc. Phys. Soc. 57 (1945) 477
- (44) Handbook of Chemistry and Physics Forty fourth edition (1962) 2782
- (45) J.P. SENATEUR, R. FRUCHART, A. MICHEL C.R.Ac. Sc. 255 (1962) 1615.
-

FIGURE I

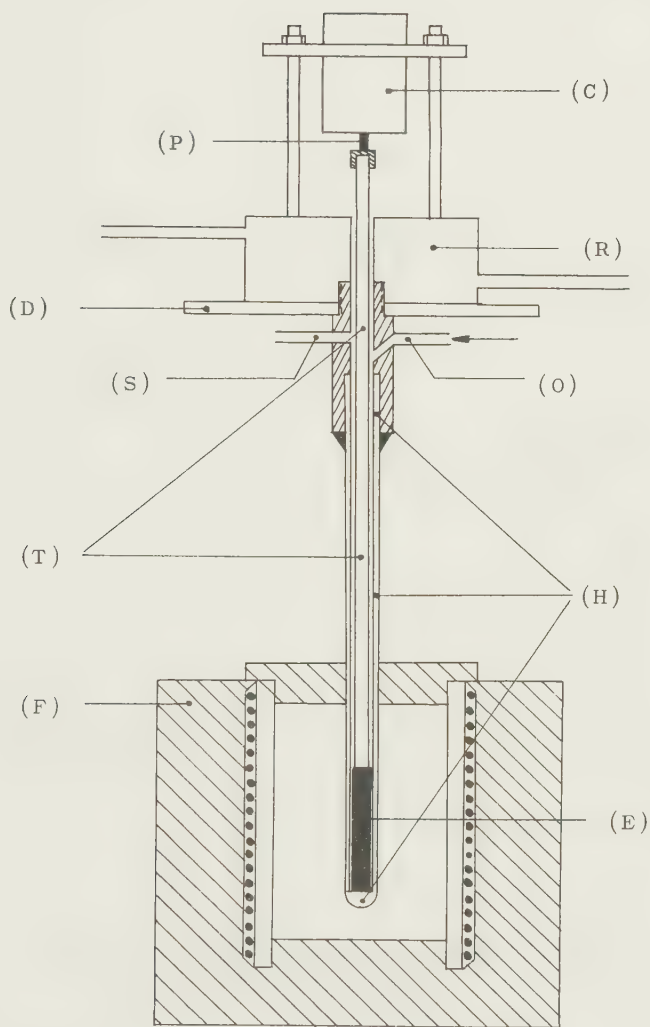
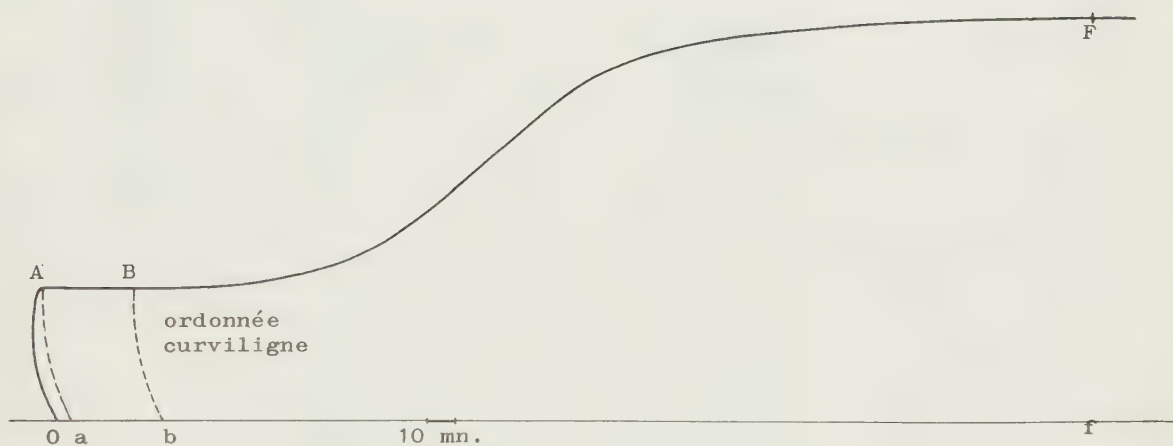


Schéma du dilatomètre à capteur électromagnétique
de déplacement

- F - Four électrique
- E - Echantillon
- H - Tube de silice obturé à l'extrémité inférieure
- O - Orifice d'entrée d'Argon
- S - Orifice de sortie d'Argon
- T - Tige pleine de silice transmettant les variations de longueur de l'échantillon E au palpeur P du capteur de déplacement C
- P - Palpeur du capteur de déplacement
- C - Capteur électromagnétique de déplacement
- R - Pièce métallique refroidie par circulation d'eau
- D - Disque soudé à la tête de refroidissement R.

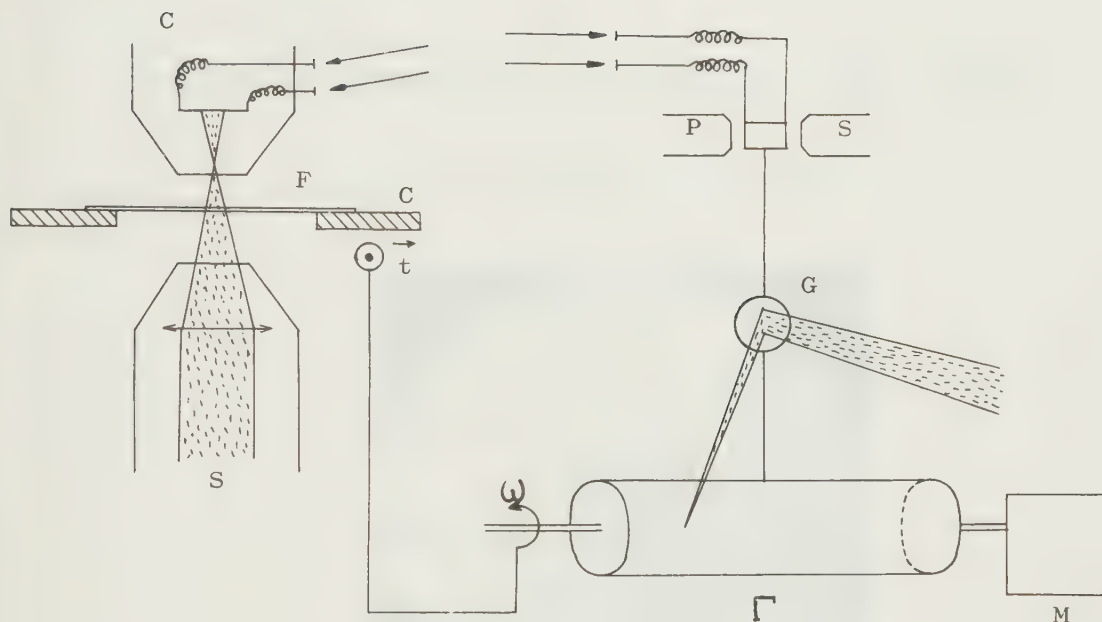
FIGURE 2



Courbe de graphitisation enregistrée à l'aide d'un suiveur de spot.

- OA - Période d'établissement de l'équilibre thermique
- A - Fin de la période OA
- AB - Période d'induction de graphitisation
- B - Début de graphitisation
- BF - Période de graphitisation
- F - Fin de graphitisation

FIGURE 3



Principe du microphotomètre enregistreur

F - film à exploiter

C - Chariot porteur du film F

S - Source lumineuse d'intensité constante (source tare)

C - Cellule photoélectrique à couche d'arrêt $\text{Cu/Cu}_2\text{O}$

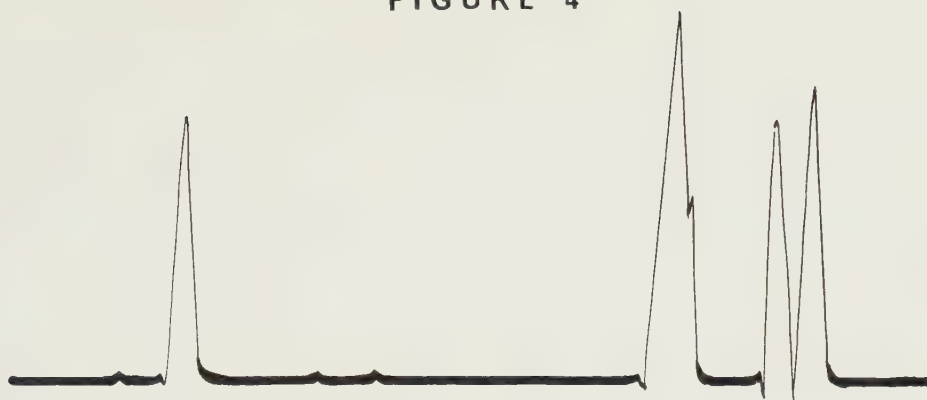
G - Miroir du galvanomètre de mesure du courant photoélectrique

- Cylindre enregistreur entraîné par le moteur électrique synchrone M.

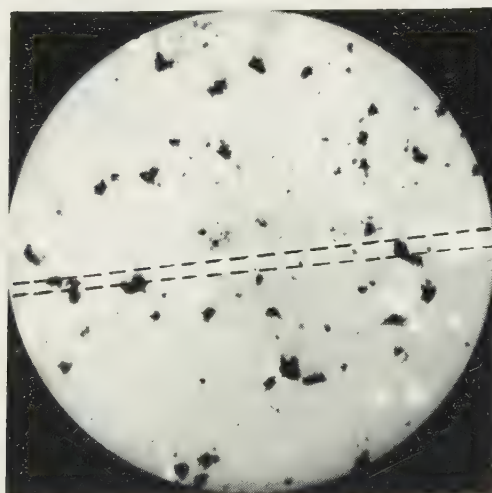
Liaison électrique : cellule, galvanomètre G de sensibilité $0,66 \cdot 10^{-9} \text{ A/mm}$ à 1 m.

Liaison mécanique : rotation ω du cylindre enregistreur à translation $\bar{t}$ du chariot dans la direction normale au plan de la figure.

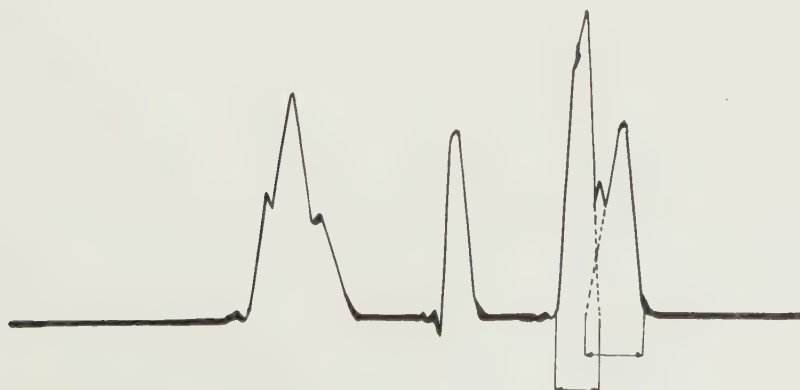
FIGURE 4



A - Exemple d'enregistrement d'une micrographie



B - Micrographie optique correspondante ($G = \times 1000$)
les lignes ponctuées délimitent la zone explorée.
La largeur du faisceau lumineux est de 2 mm. (sans
attaque chimique).



C - Principe de la construction permettant de séparer
les profils relatifs à deux particules voisines.

FIGURE 5

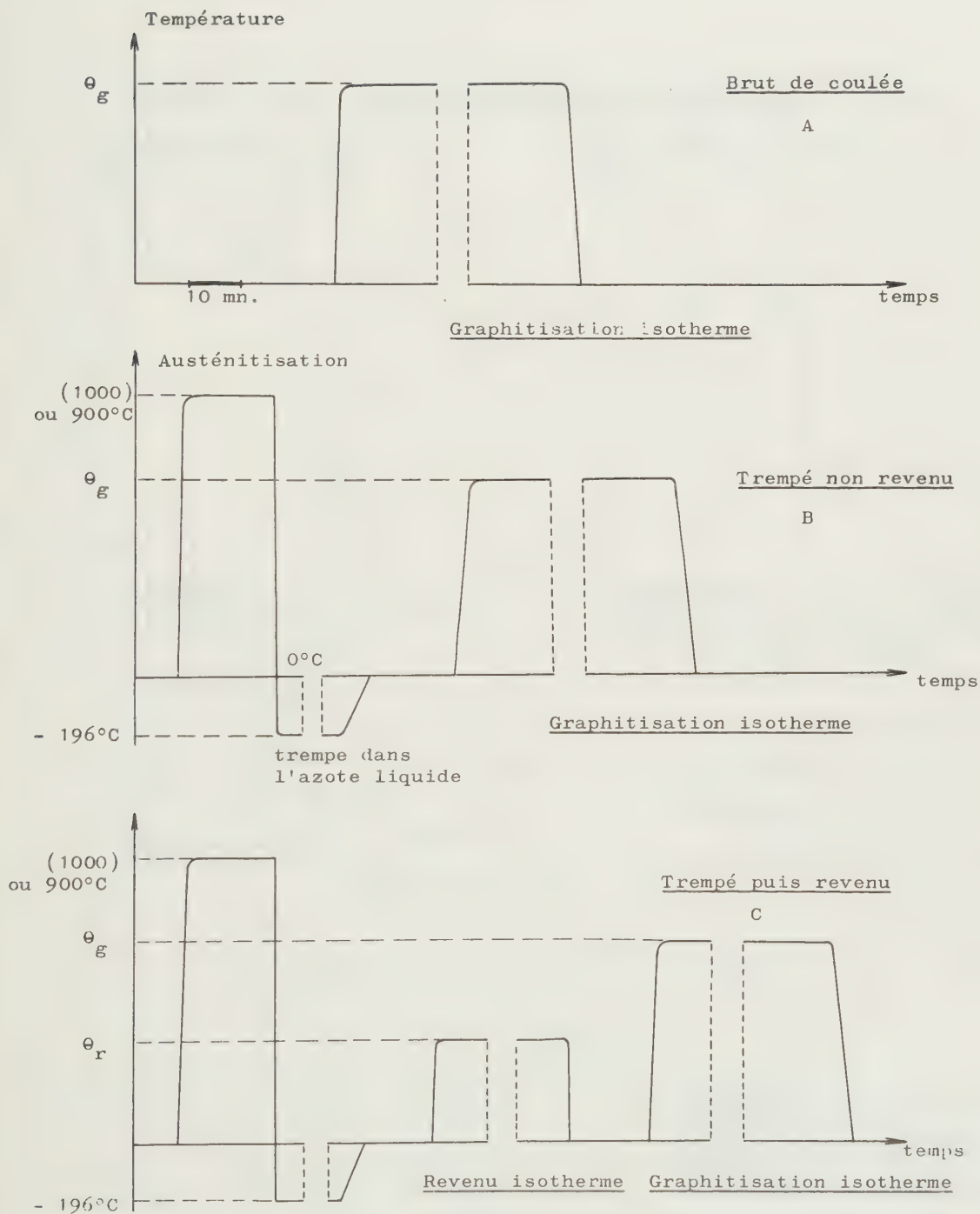
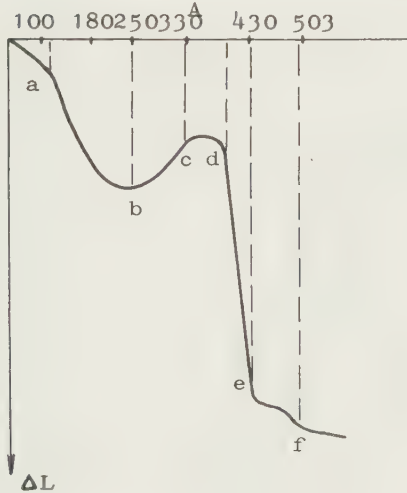


Schéma de principe des traitements thermiques
appliqués aux alliages

FIGURE 6

Courbes d'analyse thermodilatométrique en température croissante
(Dilatromètre Chévenard sous vide)



A - Alliage II (1,18% C, 1,19% Si)
austénitisé 20 mn. à 900°C
trempe à l'eau à 0°C

ab : α' $\xrightarrow{120-210}$ $\alpha'' + \epsilon$

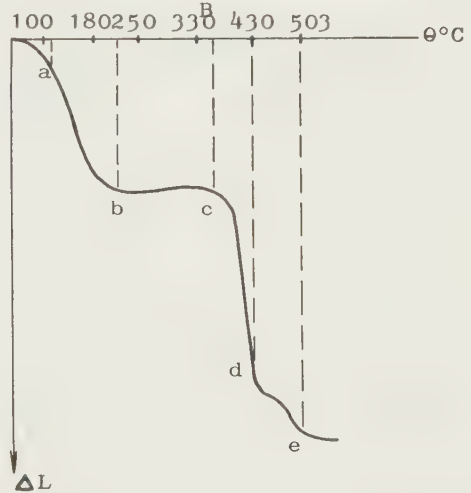
bc : γ $\xrightarrow{250-300}$ $\alpha + \epsilon$

de : ϵ $\xrightarrow{380-430}$ χ (ou de Hägg)

ef : χ $\xrightarrow{450-500}$ Fe_3C

bc (contraction due à la présence de l'austénite résiduelle) C

22 220 380 540 665



Alliage II (1,18 % C, 1,19 % Si)
austénitisation 20 mn. à 900°C
trempe étagée (eau à 0°C et immersion dans l'azote liquide)

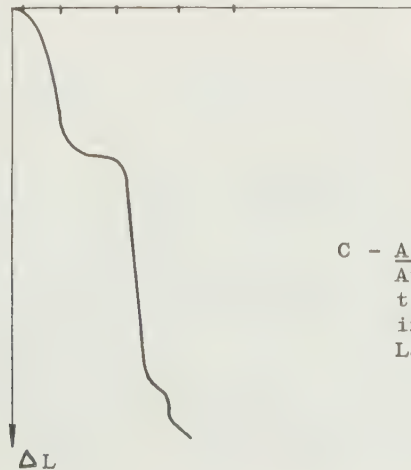
ab : α' $\xrightarrow{120-210}$ $\alpha'' + \epsilon$

bc : période de stabilité du carbure ϵ

cd : ϵ $\xrightarrow{380-430}$ χ

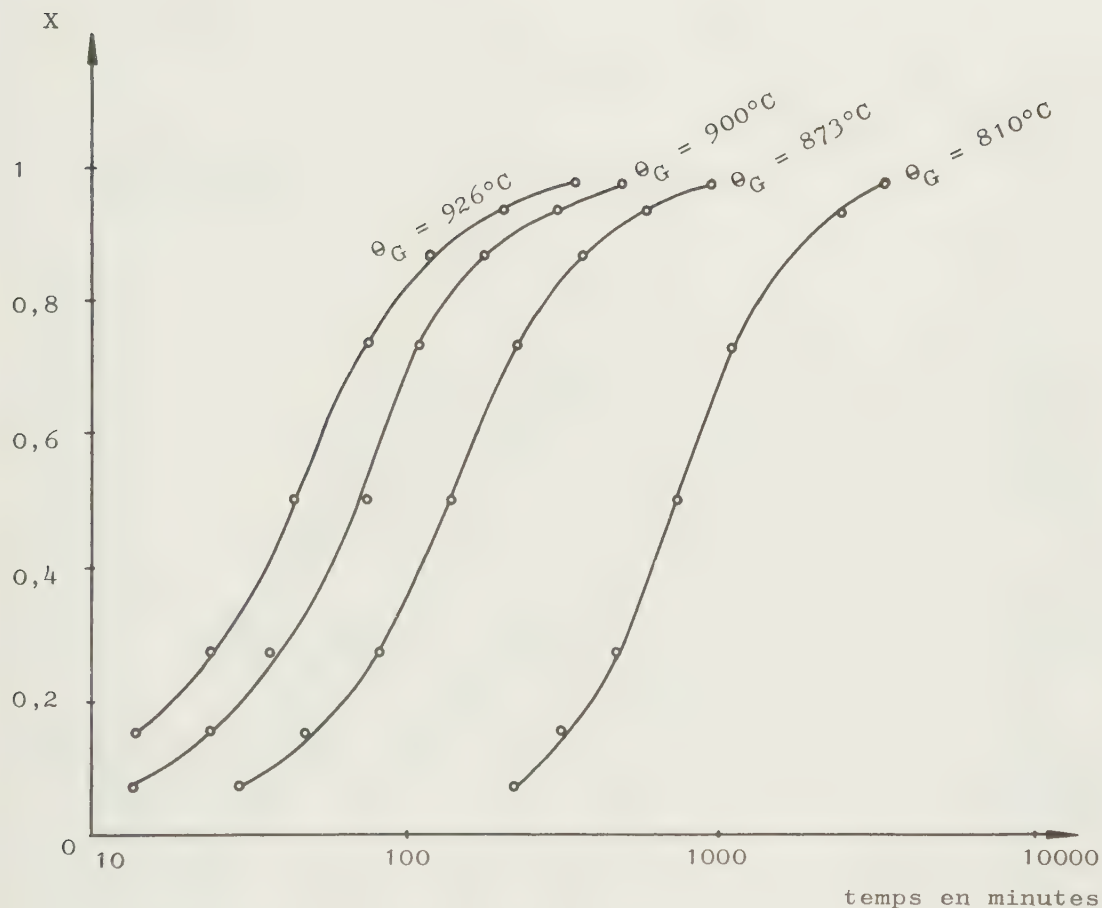
de : χ $\xrightarrow{450-500}$ Fe_3C

(En accord avec Paul FAU -15-)



C - Alliage I (1,8 % C, 1,5 % Si)
Austénitisation 20 mn à 1000°C
trempe étagée (eau à 0°C et immersion dans l'azote liquide)
La courbe a la même allure que B

FIGURE 11



Transformées semilogarithmiques des courbes d'enregistrement dilatométrique au cours de la graphitisation isotherme de l'alliage

I (1,8 % C, 1,5 % Si), non trempé

en ordonnées degré d'avancement de la graphitisation $x = \delta l / \Delta L$

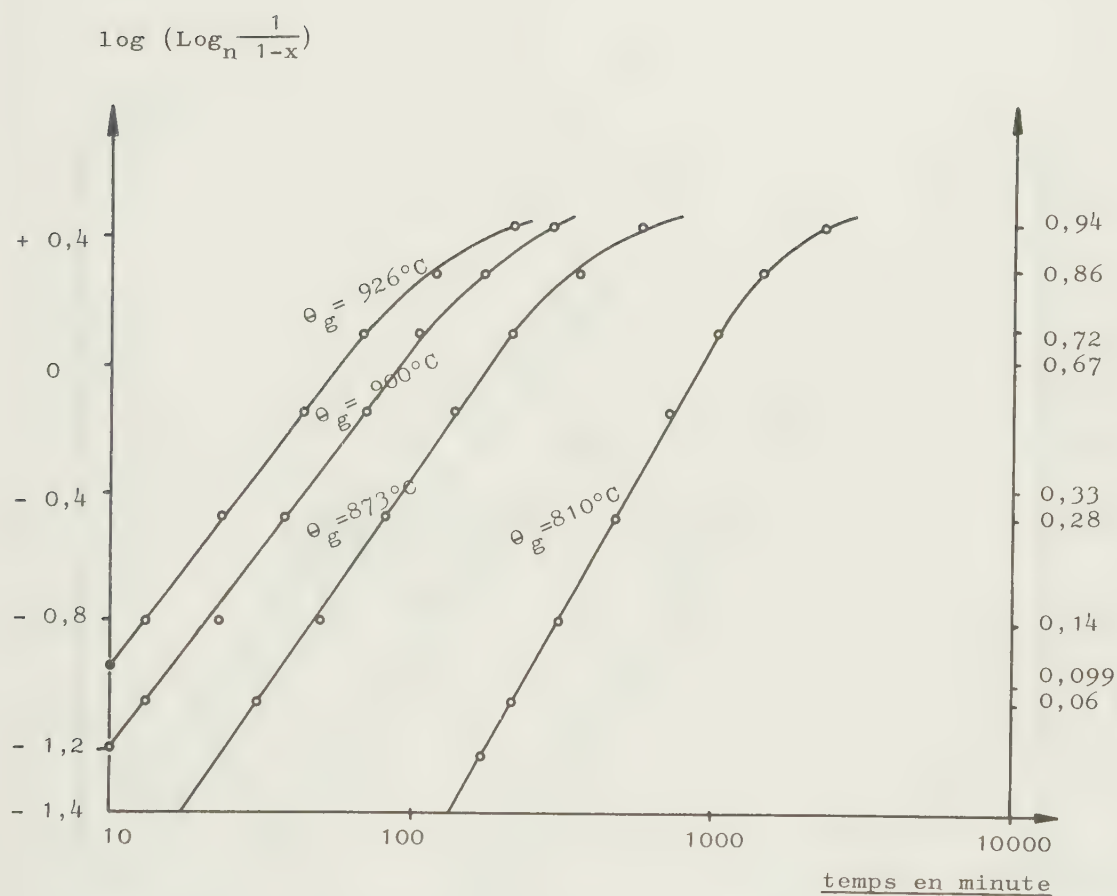
δl = allongement de l'échantillon au temps t

ΔL = allongement total du même échantillon après graphitisation

en abscisses le logarithme du temps

Les courbes $x = f(\log t)$ sont symétriques par rapport à $x = 0,5$ et sont sensiblement superposables par translation.

FIGURE 12



Transformées des courbes dilatométriques de la figure 11, relatives à l'alliage I (1,8 % C, 1,5 % Si), non trempé.

La cinétique de la graphitisation des aciers non trempés ne peut être représentée par l'équation (1)

$$x = 1 - \exp. - (Kt)^n \quad (1)$$

que pour les degrés d'avancement inférieurs à 75 %.

FIGURE 13

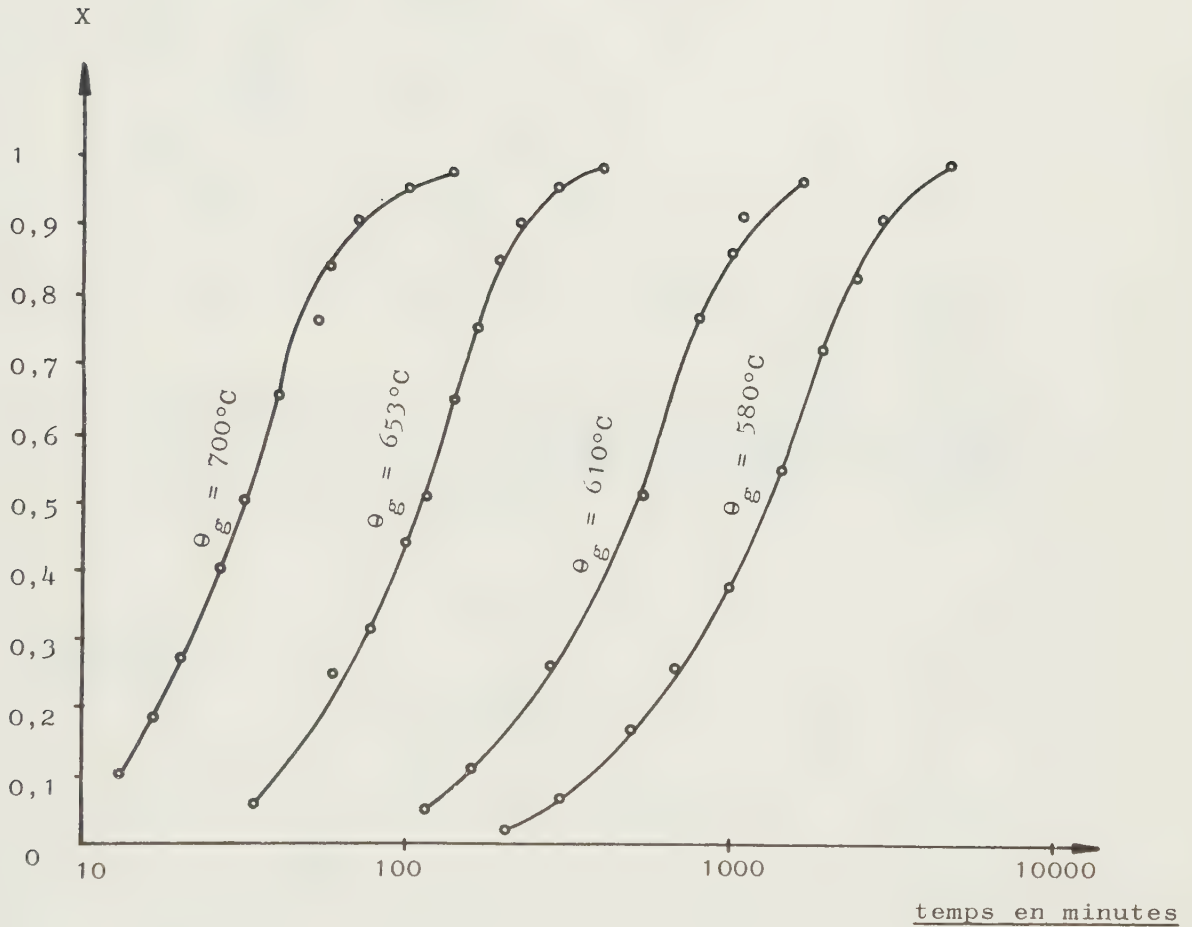


Transformées des courbes dilatométriques de la figure 11, relatives à l'alliage I non trempé. L'équation (2)

$$\frac{x}{1-x} = (K_2 t)^{n_2} \quad (2)$$

semble mieux convenir pour représenter la cinétique de la graphitisation des aciers non trempés.

FIGURE 14

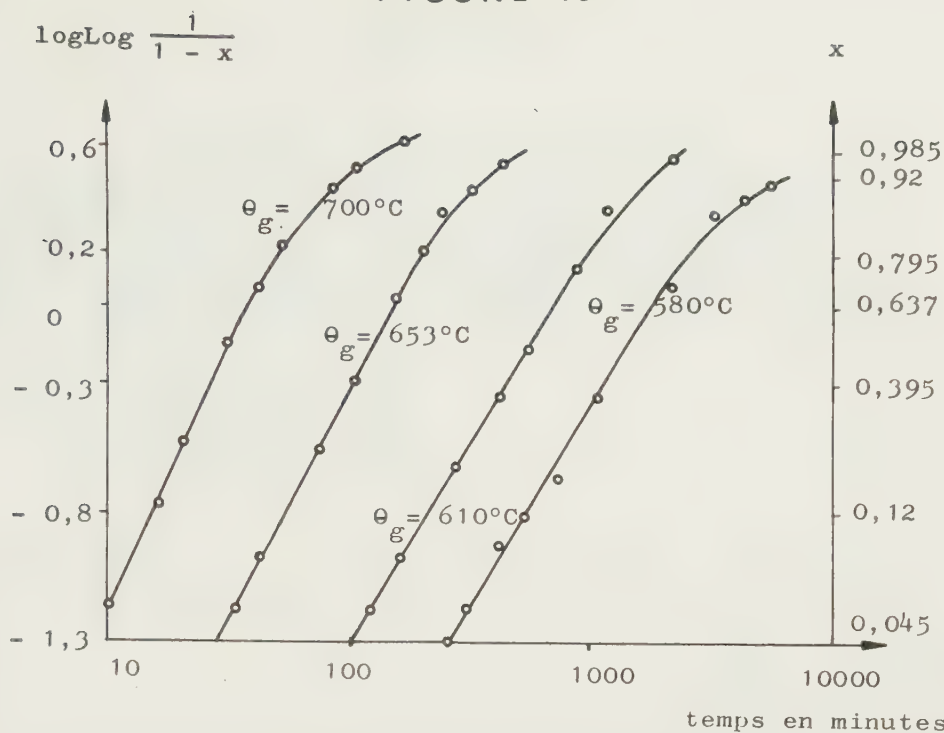


Transformées semilogarithmiques des courbes d'enregistrement dilatométrique au cours de la graphitisation isotherme de l'alliage I (1,8 % C, 1,5 % Si) trempe de 1000°C à 0°C puis immergé dans l'azote liquide à -196°C et ayant subi, avant graphitisation, un revenu isotherme de 24 h. à 420°C

- en ordonnées, degré d'avancement
- en abscisses, le logarithme du temps

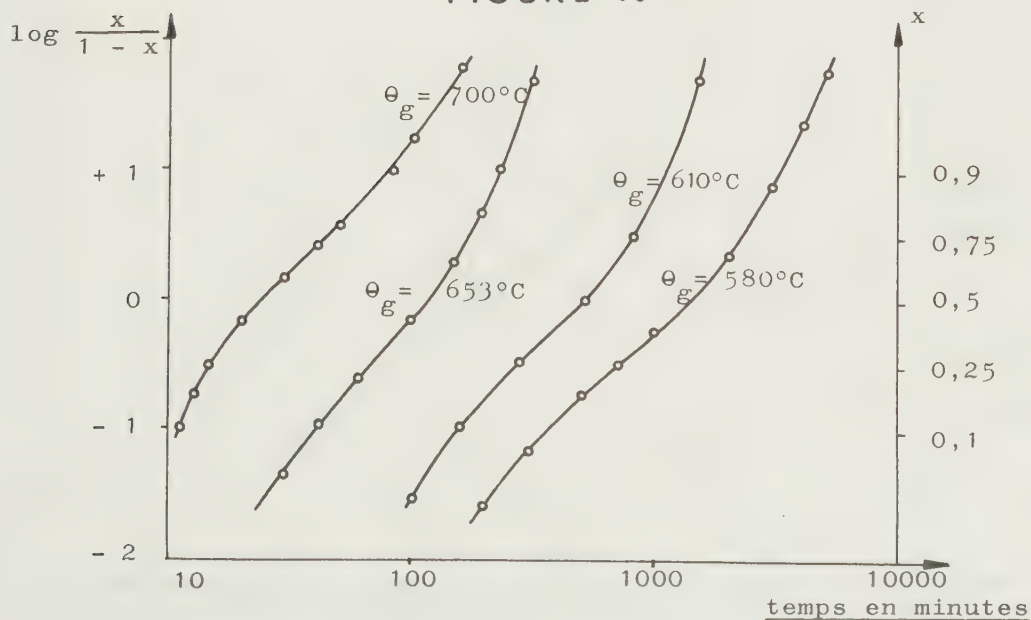
Les courbes ne présentent plus de symétrie par rapport à $x = 0,5$

FIGURE 15



Transformées des courbes dilatométriques de la figure 14 relatives à l'alliage I trempe puis revenu. L'équation de Johnson et Mehl $x = 1 - \exp. - (K_1 t)^{n_1}$ ne représente pas la totalité de la graphitisation des aciers trempés puis revenus.

FIGURE 16



Transformées des courbes dilatométriques de la figure 14 du même alliage. L'équation d'Austin et Rickett

$$\frac{x}{1-x} = (K_2 t)^{n_2}$$

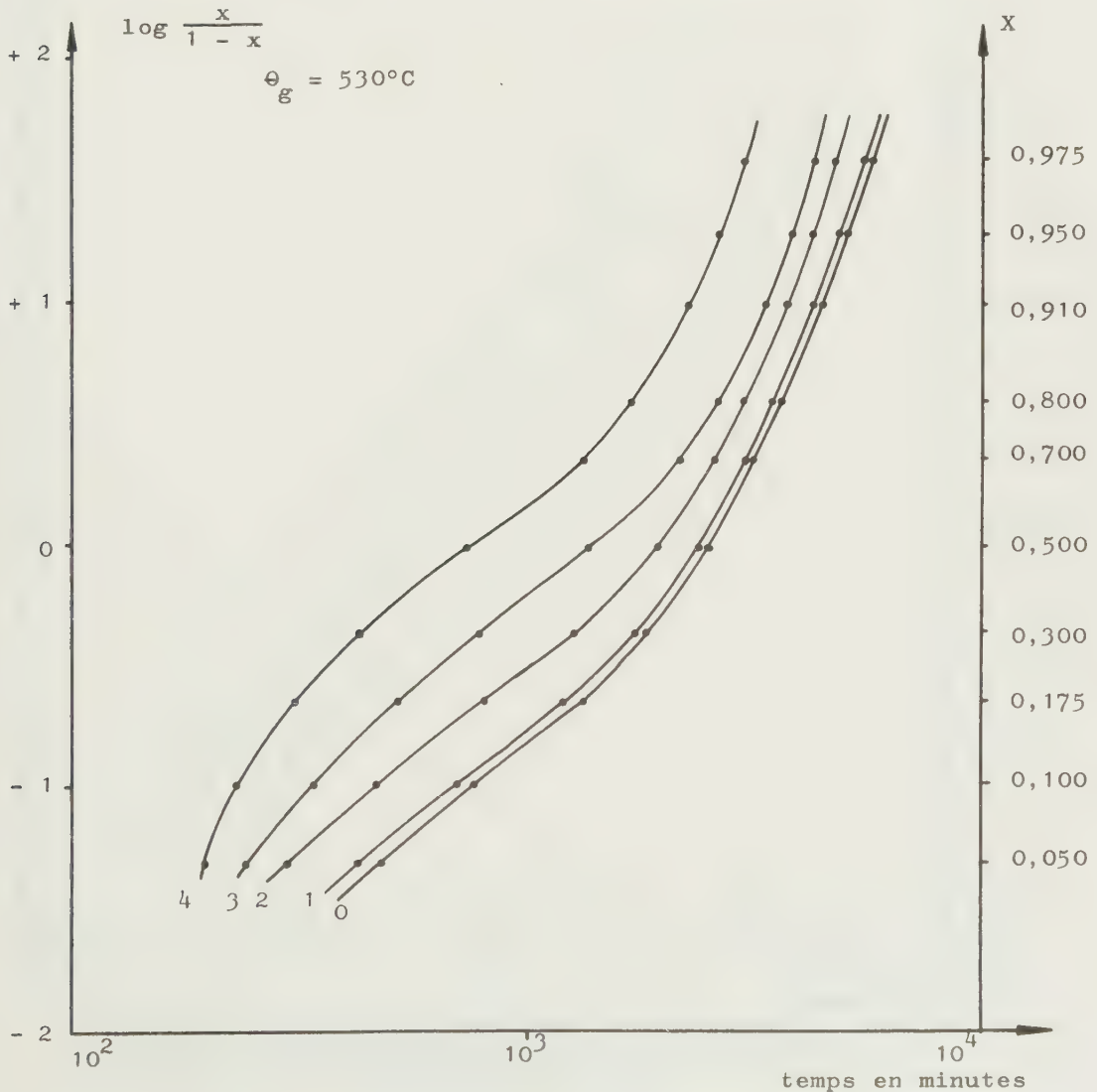
fait apparaître la superposition de deux phénomènes.

FIGURE 17

FIGURES 17, 18, 19, 20 (légendes)

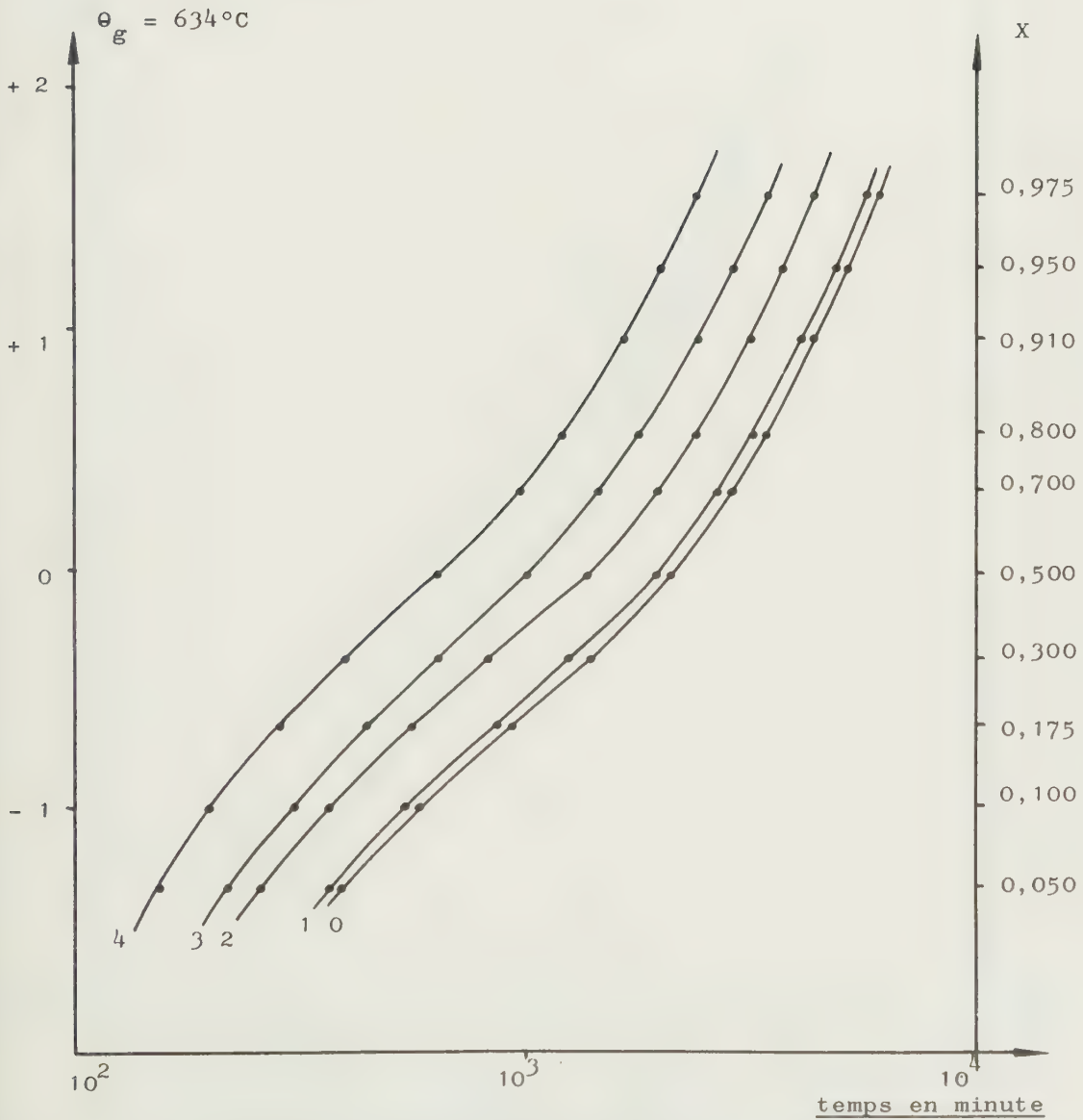
Transformées ($\log \frac{x}{1-x}$, $\log t$) des courbes dilatométriques obtenues au cours de la graphitisation isotherme à θ_g de l'alliage III (1 % C, 2 % Si) trempé depuis 900°C à 0°C, puis immergé dans l'azote liquide à -196°C. Chaque courbe correspond à un traitement préalable particulier de la droite vers la gauche :

- 0 - non revenu
- 1 - revenu 1h. à 310°C
- 2 - revenu 1h. à 420°C
- 3 - revenu 24h. à 310°C
- 4 - revenu 24h. à 420°C



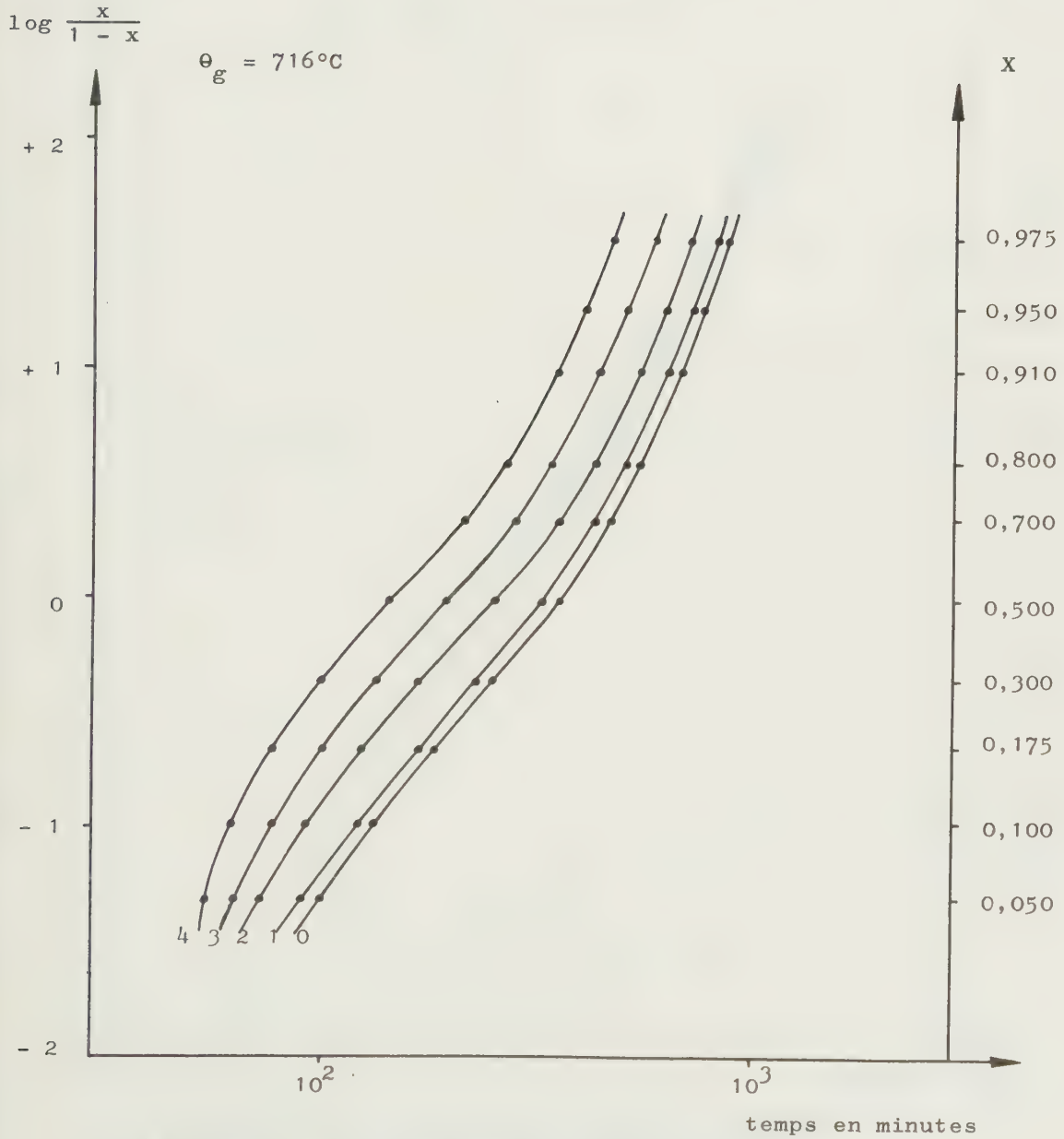
Graphitisation isotherme à 530°C dans le domaine ($\alpha + \text{Fe}_3\text{C}$)

FIGURE 18



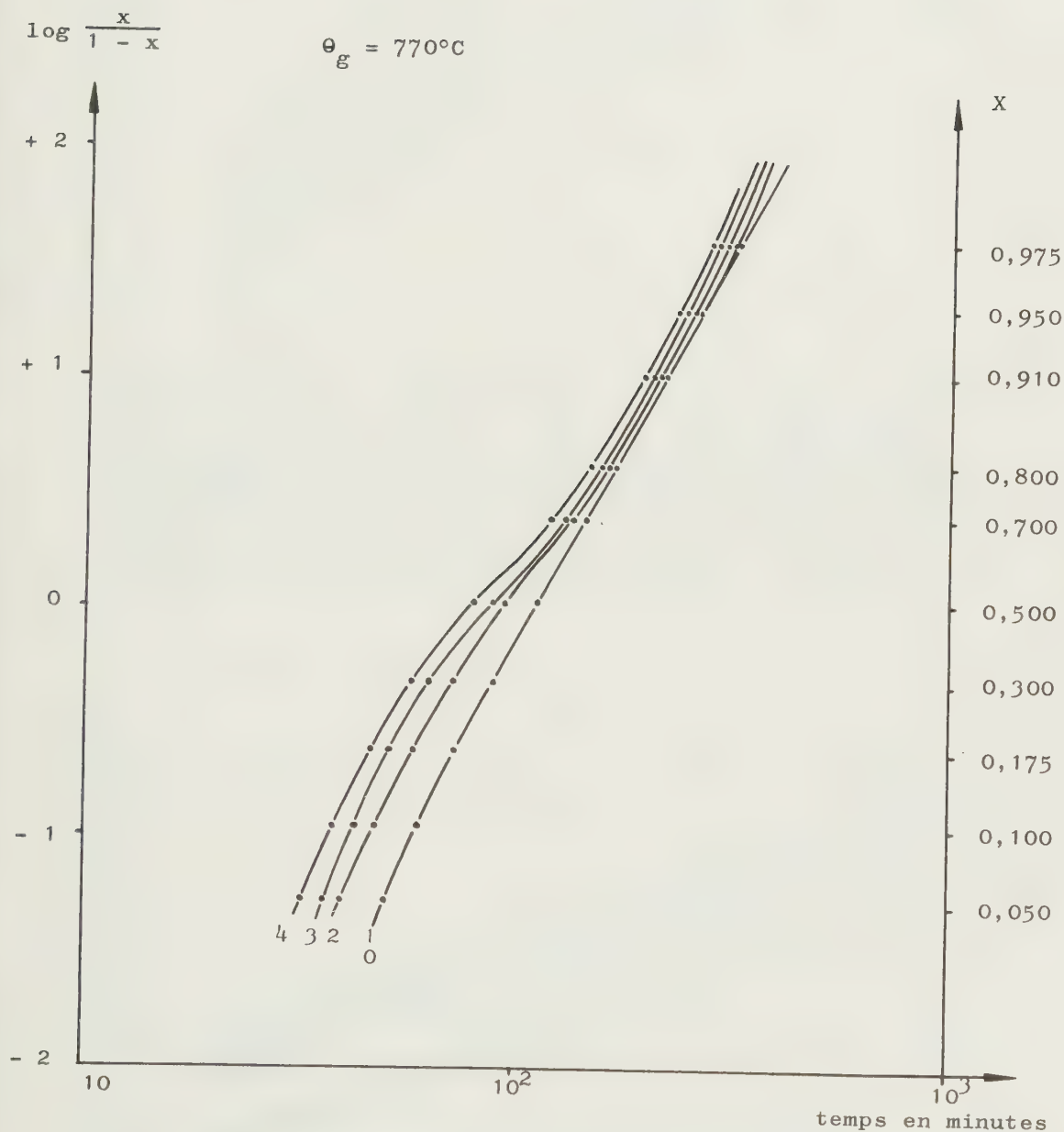
Graphitisation isotherme à 634°C dans le domaine
 $(\alpha + \text{Fe}_3\text{C})$

FIGURE 19



Graphitisation isotherme à 716°C
 dans le domaine $(\alpha + \text{Fe}_3\text{C})$
 (voir planche IX - micrographie A)

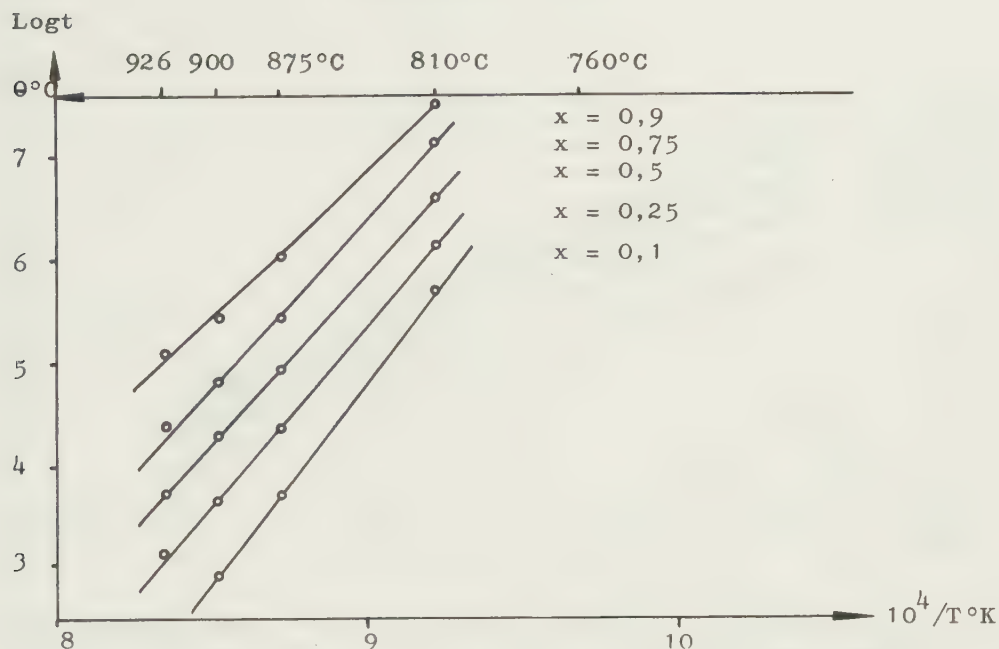
FIGURE 20



Graphitisation isotherme à 770°C dans le domaine
($\gamma + \text{Fe}_3\text{C}$) (voir planche IX - micrographie B)

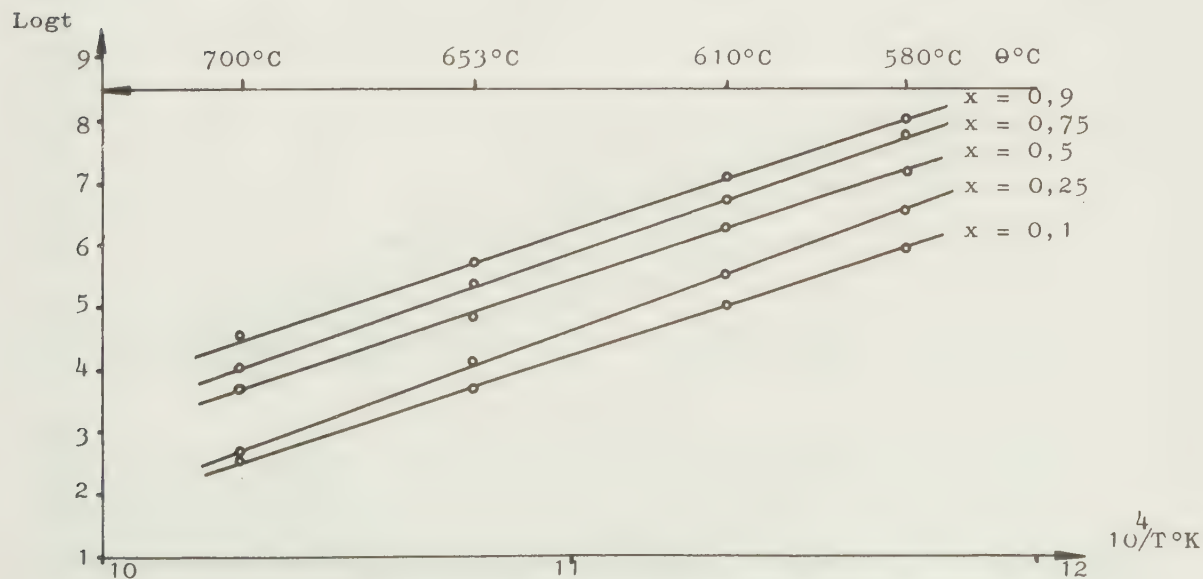
Les courbes correspondant aux traitements de revenu
isotherme à 310°C et à 420°C tendent asymptotiquement
vers celles de l'alliage brut de trempe.

FIGURE 21



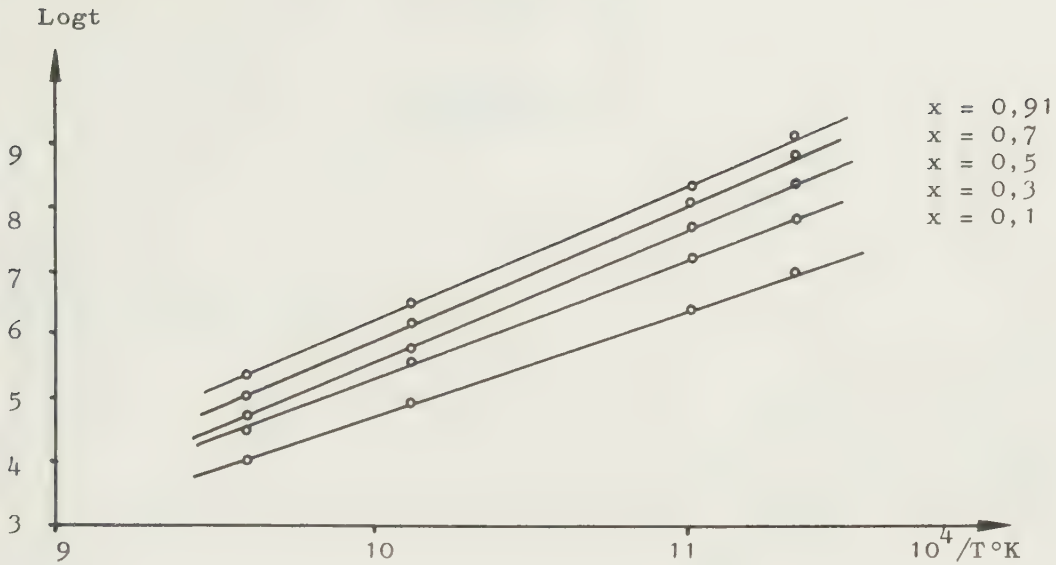
Représentation de $\text{Log } t$ en fonction de $\frac{1}{T}$, T température de graphitisation en °K, pour l'alliage I (1,8% C, 1,5% Si) non trempé. L'énergie d'activation Q est calculée pour les degrés d'avancement $x = 0,1 - 0,25 - 0,5 - 0,75$ et $0,9$. On sait que la variation apparente de l'énergie d'activation est liée à une légère variation du facteur de fréquence et ne présente pas de signification propre (27)

FIGURE 22



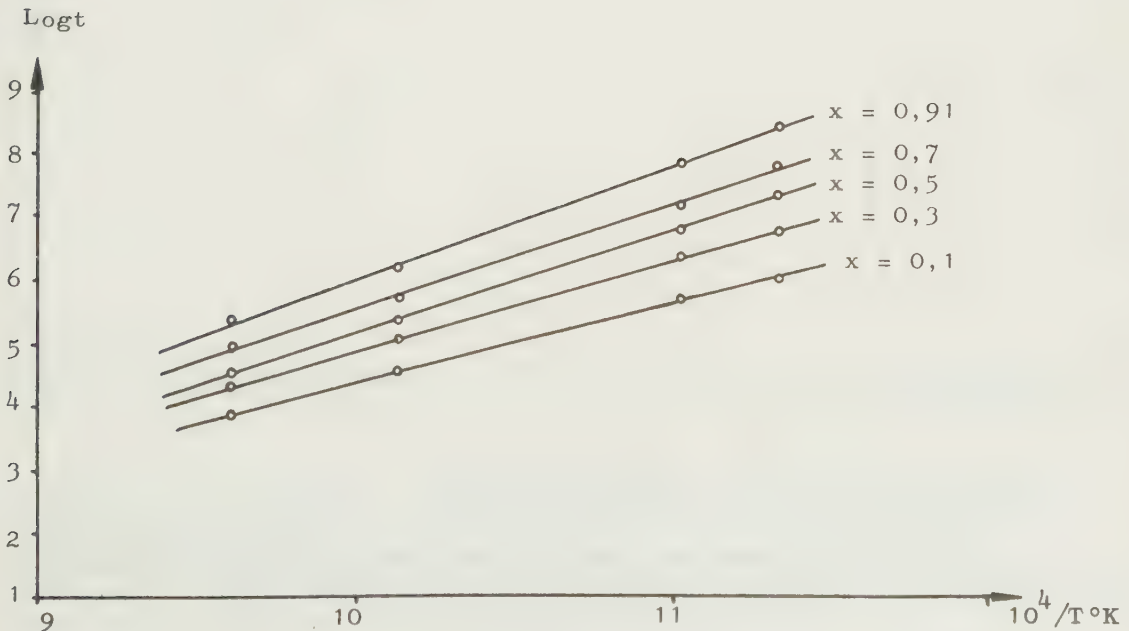
Représentation de $\text{Log } t$ en fonction de $\frac{1}{T}$, T température de graphitisation en °K, pour l'alliage I trempé puis revenu 24 heures à 420 °C. L'énergie d'activation Q calculée pour les degrés d'avancement $x = 0,1 - 0,25 - 0,5 - 0,75$ et $0,9$ est plus faible que celle des aciers non trempés.

FIGURE 23



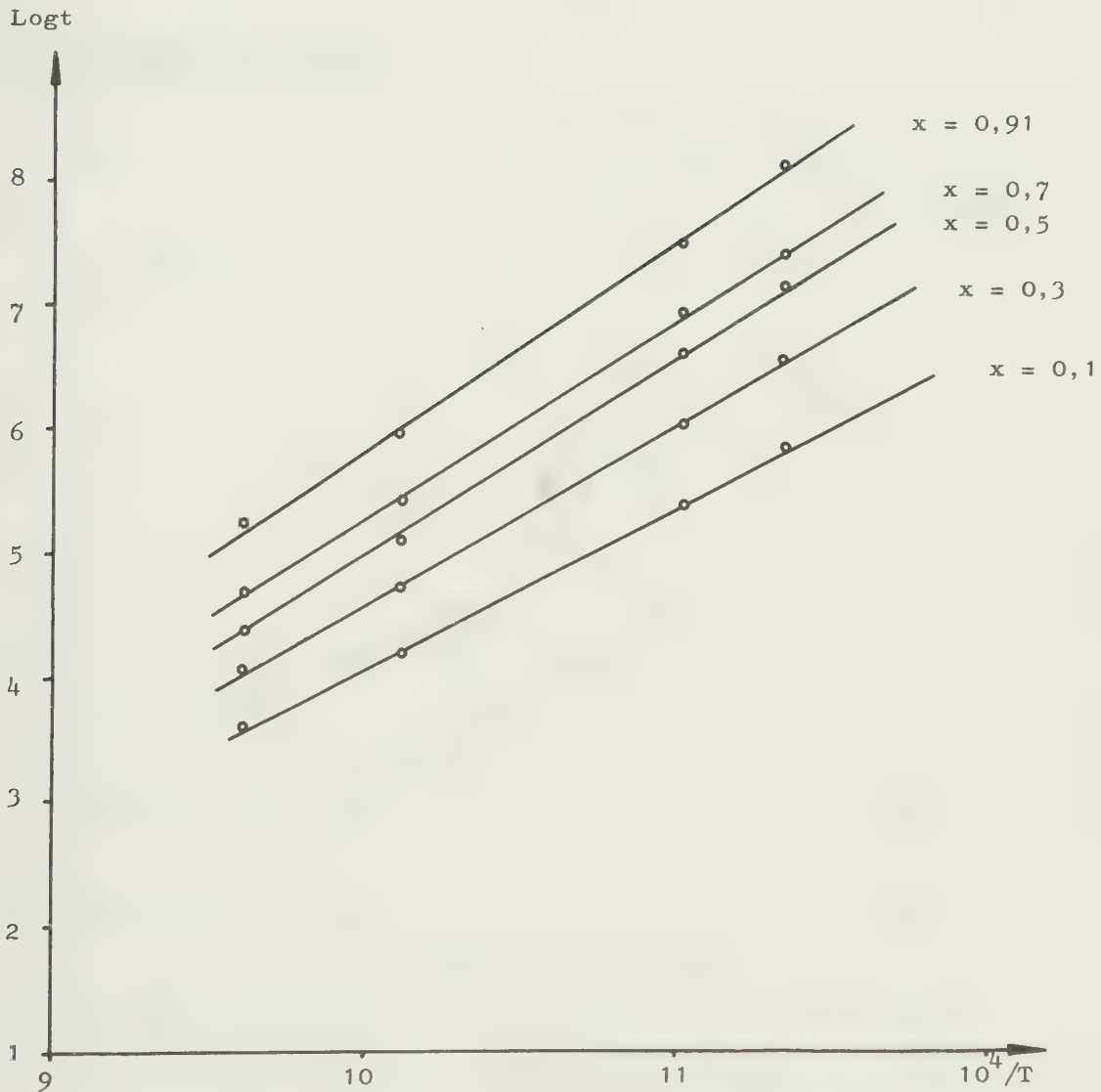
Représentation de $\text{Log } t$ en fonction de $\frac{1}{T}$, T température en $^{\circ}\text{K}$ pour l'alliage III (1 % C, 2 % Si) trempe non revenu. L'énergie d'activation Q en cal./mole, calculée pour les degrés d'avancement $x = 0,1 - 0,3 - 0,5 - 0,7 - 0,91$ est plus faible que celle des aciers non trempés.

FIGURE 24



Représentation ($\text{Log } t, \frac{1}{T}$) pour l'alliage III trempe puis revenu 24 heures à 310°C. L'énergie d'activation calculée pour les degrés d'avancement : $x = 0,1 - 0,3 - 0,5 - 0,7 - 0,91$, est plus faible que celles de l'alliage trempé non revenu.

FIGURE 25

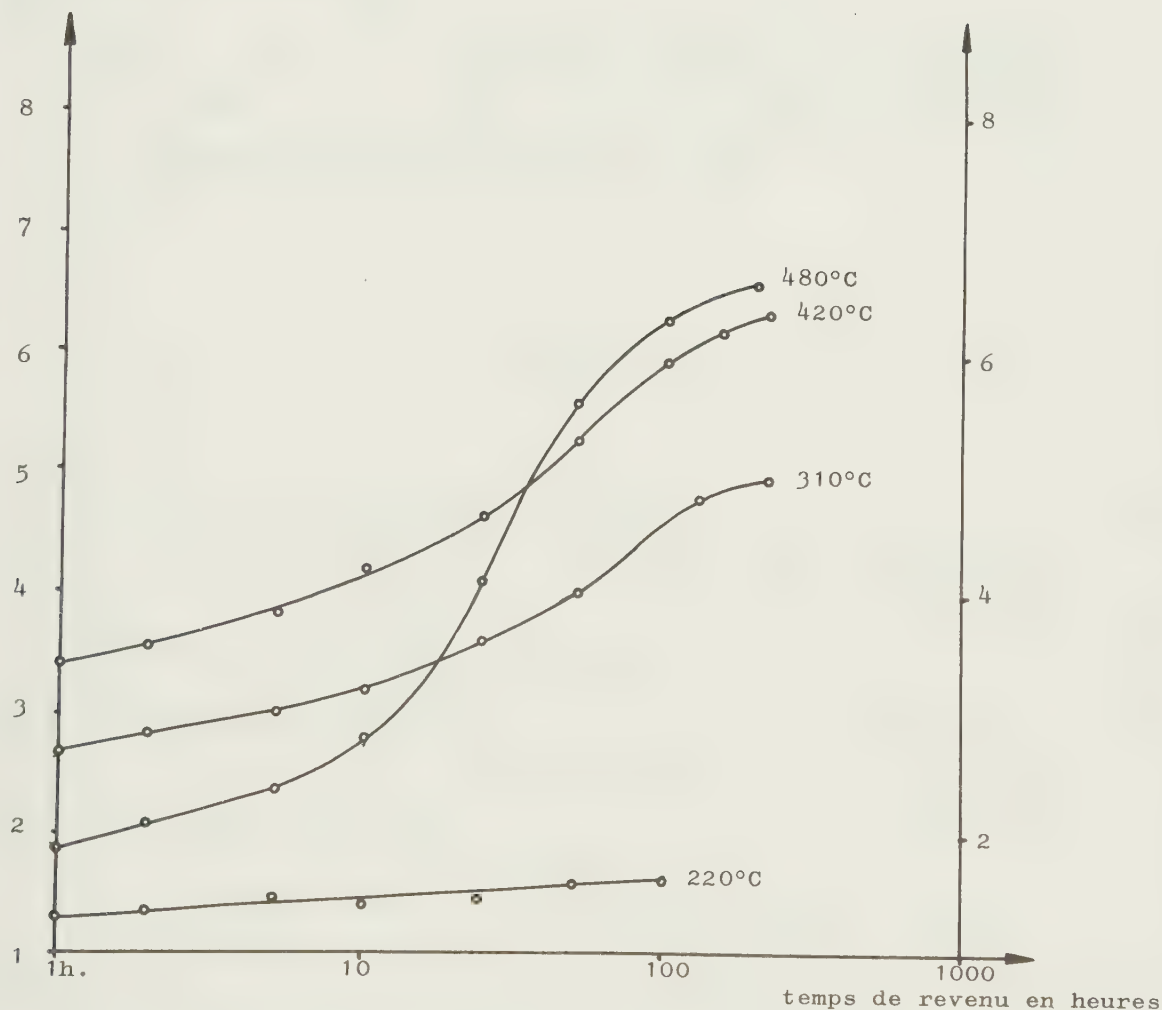


Représentation $(\text{Log } t, \frac{1}{T})$ pour l'alliage III trempe puis revenu 24 heures à 420°C.

L'énergie d'activation calculée pour les degrés d'avancement $x = 0,1 - 0,3 - 0,5 - 0,7 - 0,91$, est encore plus faible que celle de l'alliage III trempé non revenu.

FIGURE 26

Nombre de particules $\cdot 10^{-4}$
mm²



Alliage II (1,18 % C, 1,19 % Si) - Austénitisation 20 mn. à 900°C

Trempe étagée 900°C $\longrightarrow$ 0°C (eau salée)

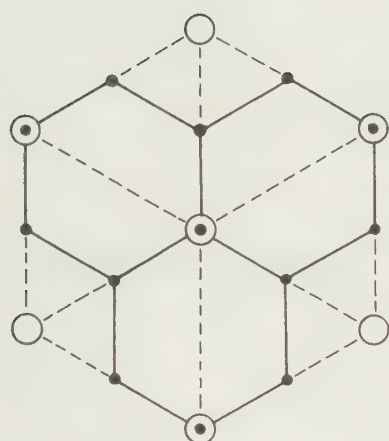
0°C $\longrightarrow$ -196°C (azote liquide)

Graphitisation de 78 heures à 530°C

Variation du nombre de germes en fonction de la durée du revenu isotherme pour les températures de revenu suivantes

$\theta_r = 220^\circ\text{C} - 310^\circ\text{C} - 420^\circ\text{C} - 480^\circ\text{C}$

FIGURE 27



Fe dans carbure ϵ

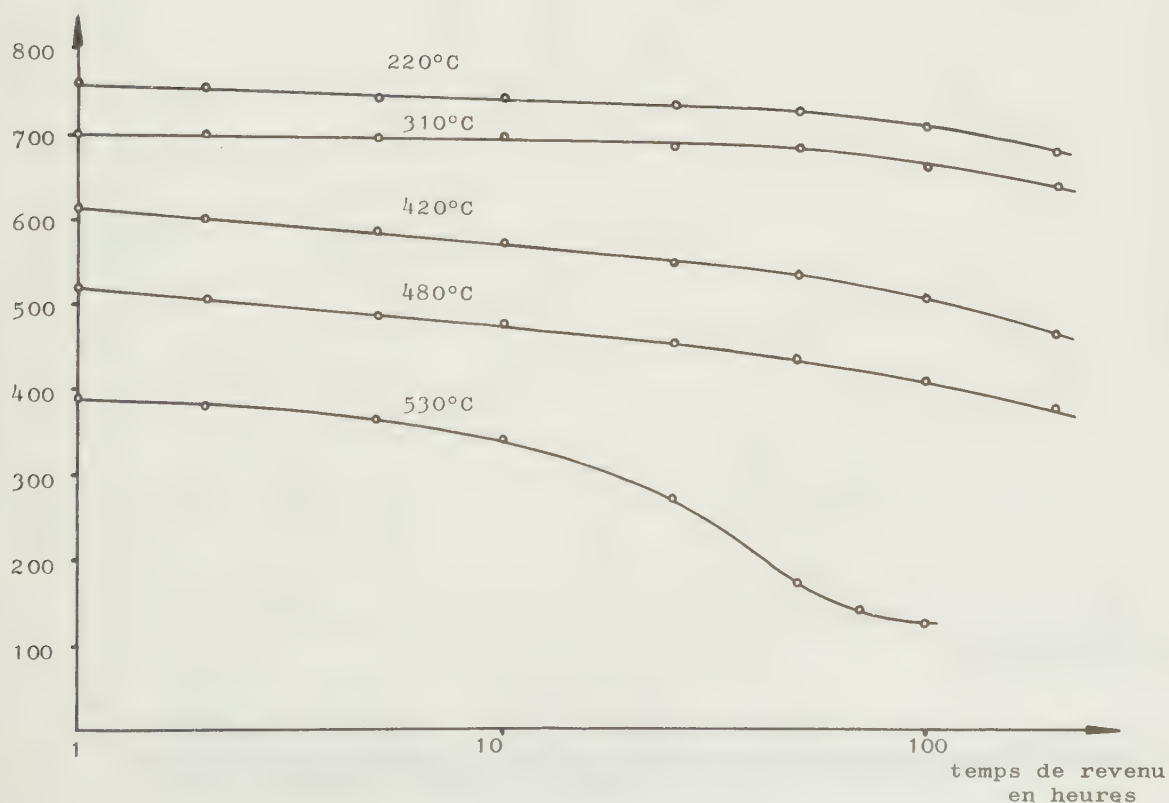
C dans graphite

$$\begin{array}{lcl} \bigcirc \text{ ————— } & a = 1,45 & \left. \begin{array}{l} \\ c = 3,41 \end{array} \right\} \text{ graphite} \\ \bullet \text{ - - - - - } & a = 2,75 & \left. \begin{array}{l} \\ c = 4,35 \end{array} \right\} \text{ carbure} \end{array}$$

La comparaison des paramètres cristallins montre qu'à 5 % près la maille du carbure ϵ hexagonal est le double de celle du graphite cette coïncidence permet d'expliquer la formation des germes de graphite par épitaxie.

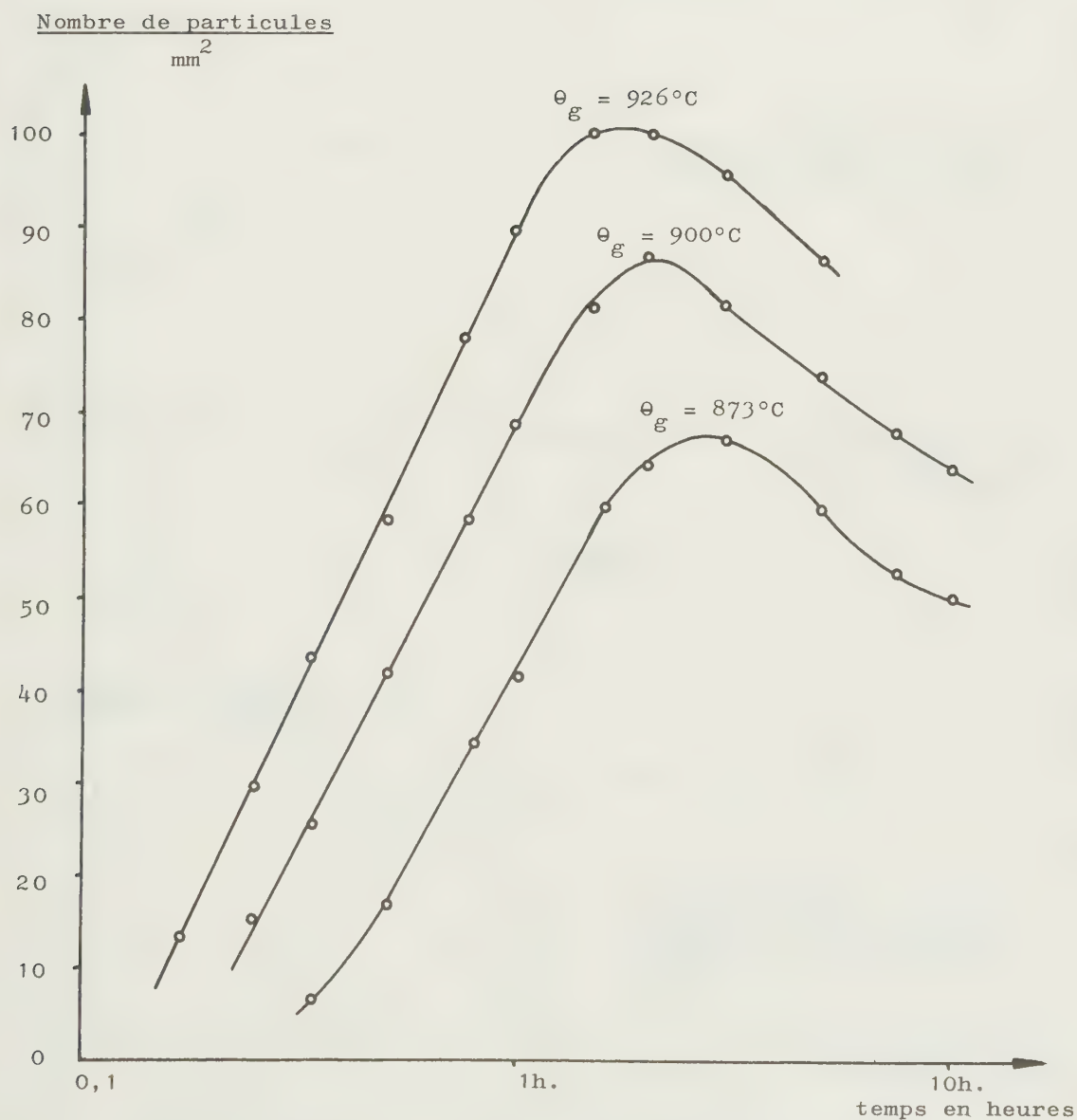
Naissance des germes de graphite par épitaxie (d'après J. Pomey)
kg/mm² (dureté Vickers)

FIGURE 28



Alliage II (1,18 % C, 1,19 % Si) - Austénitisation 20 mn. à 900°C
trempe étagée 900°C → 0°C (eau) - 0°C → -196°C (azote liquide)
Variation de la dureté (Vickers) en fonction de la durée du revenu isotherme.

FIGURE 29



Alliage I (1,8 % C, 1,5 % Si) brut de coulée
Variations du nombre de particules de graphite en fonction de la
durée de graphitisation isotherme $\theta_g = 926 - 900 - 873$.

FIGURE 30

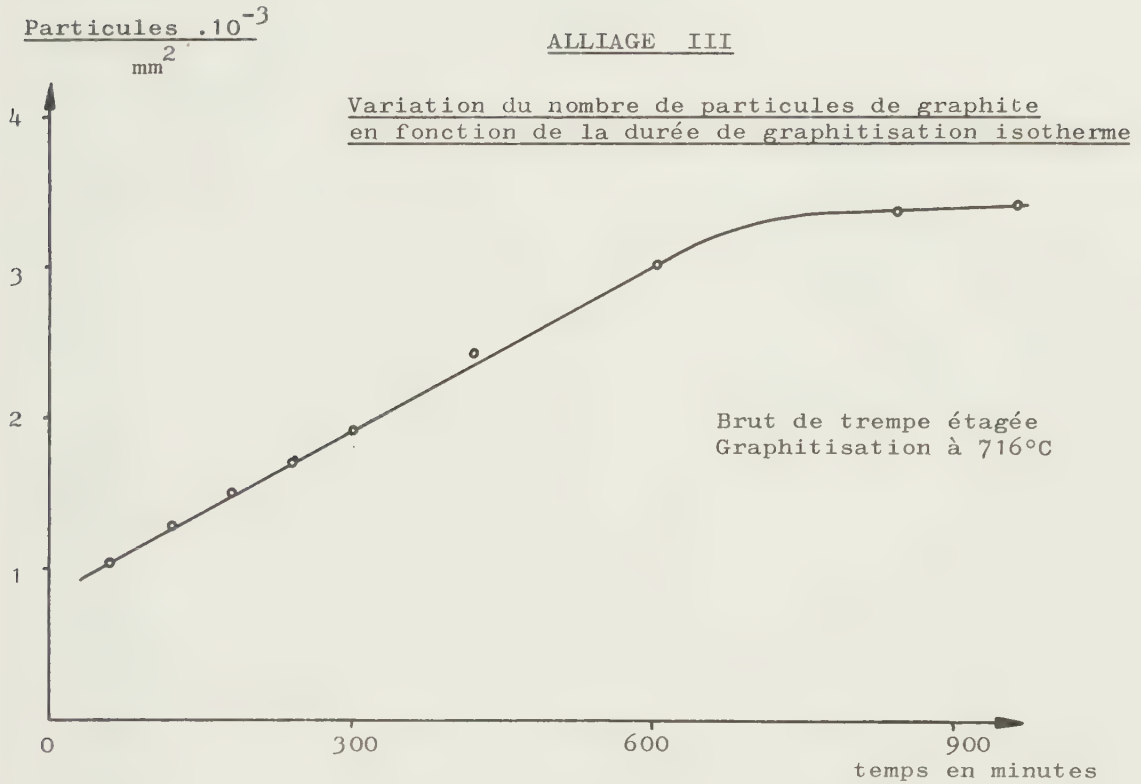


FIGURE 31

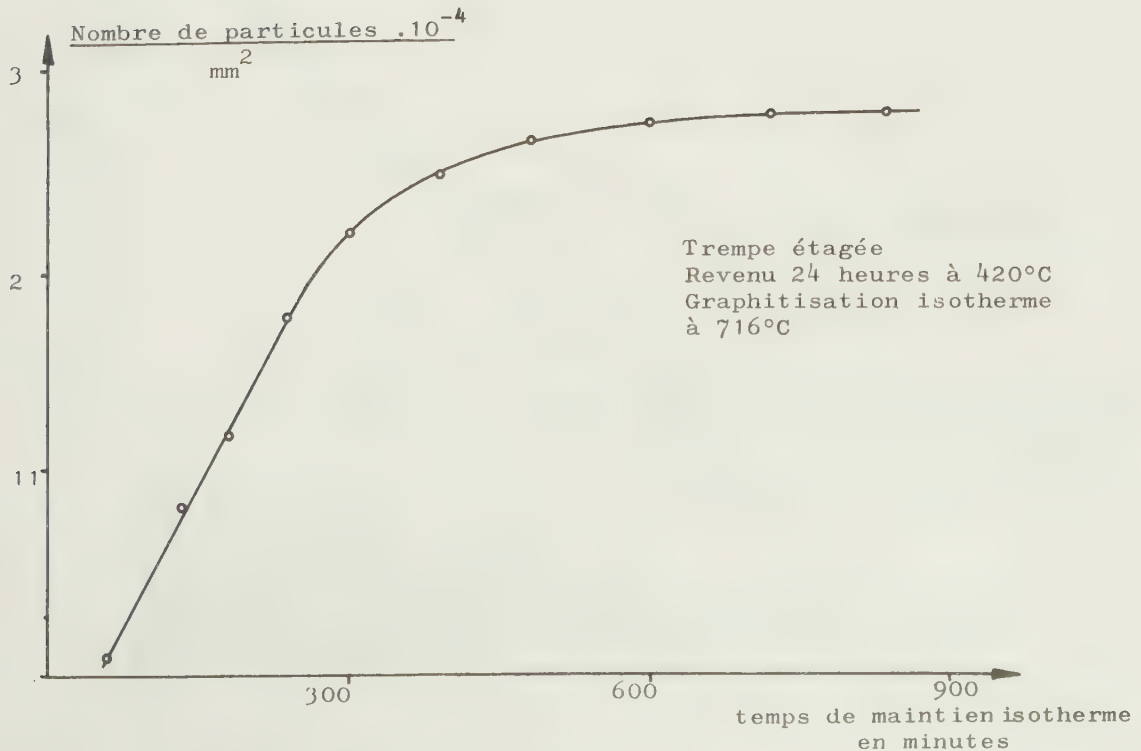
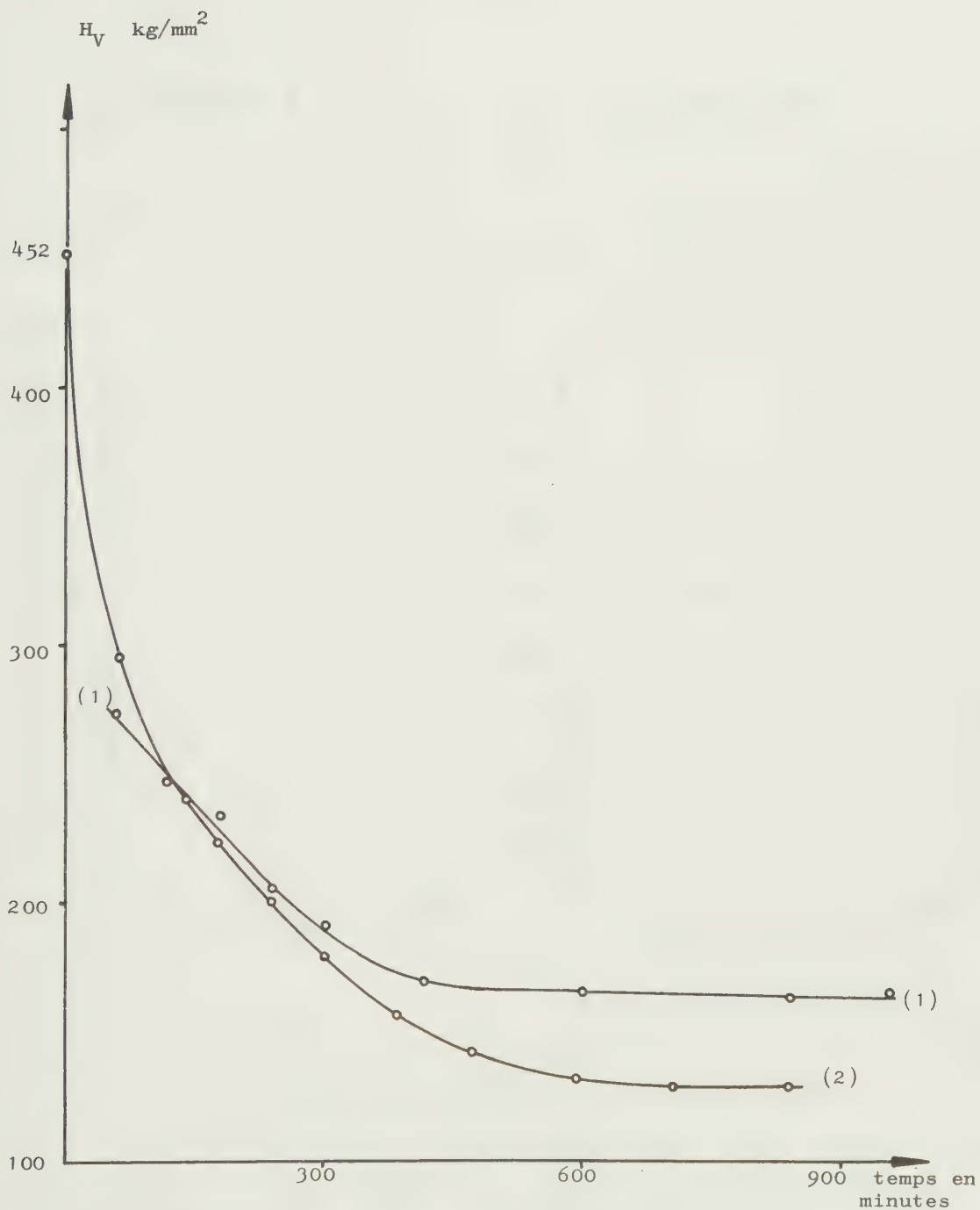


FIGURE 3 2



Alliage III (1 % C, 2 % Si) - trempe étagée (eau salée à 0°C et azote liquide)

(1) brut de trempe

(2) revenu 24 heures à 420°C

Graphitisation isotherme à 716°C

Variation de la dureté (Vickers) en fonction de la durée de graphitisation isotherme.

FIGURE 33 A

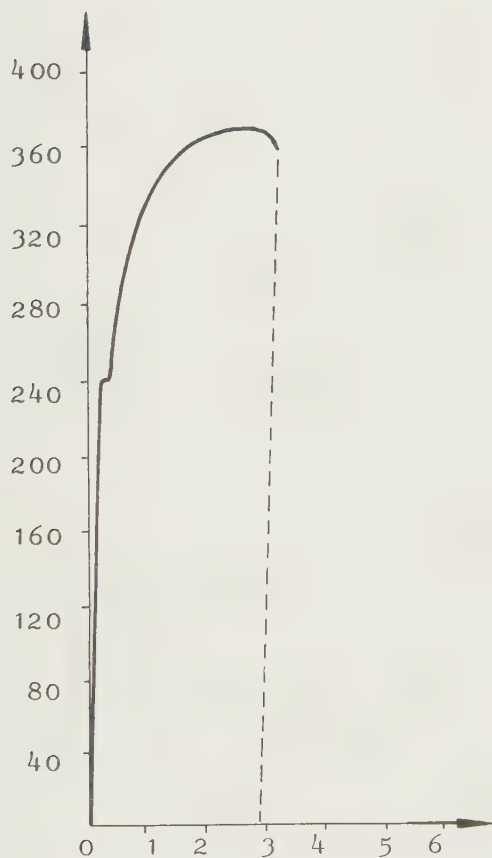
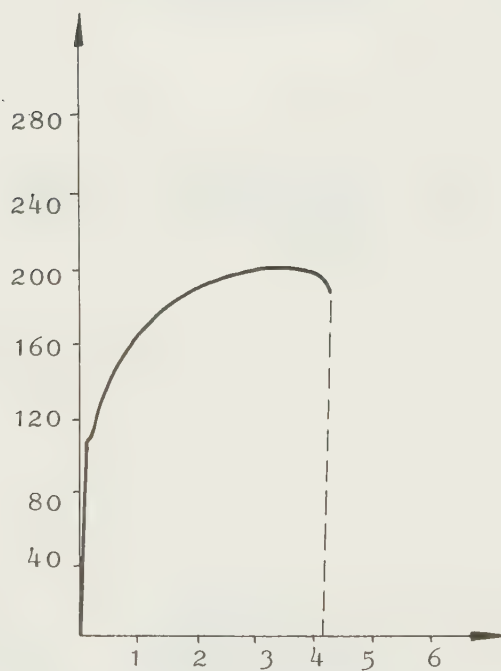


FIGURE 33 B



Alliage III (1 % C, 2 % Si)

Courbes de traction d'éprouvettes dilato-
métriques graphitisées à 716°C

(A) Brut de trempe (eau salée à 0°C et azote liquide)

(B) Trempe puis revenu 24 heures à 420°C

FIGURE 34

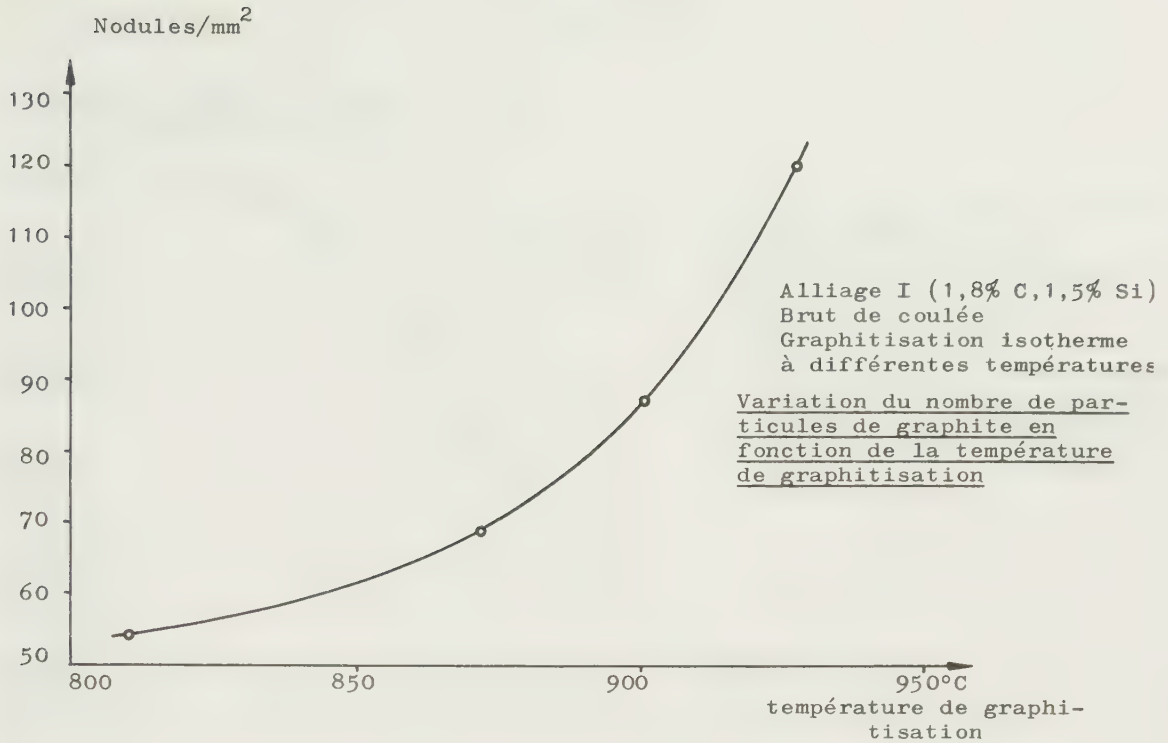


FIGURE 35

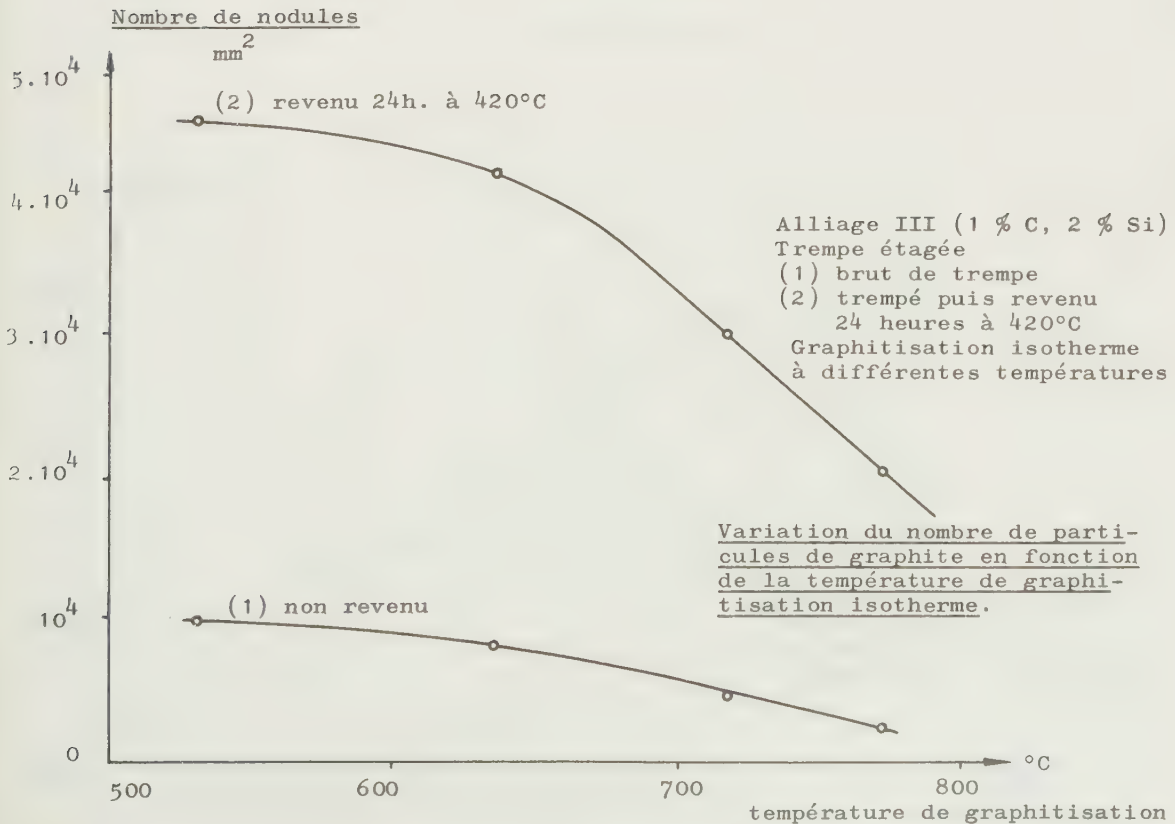


FIGURE 38

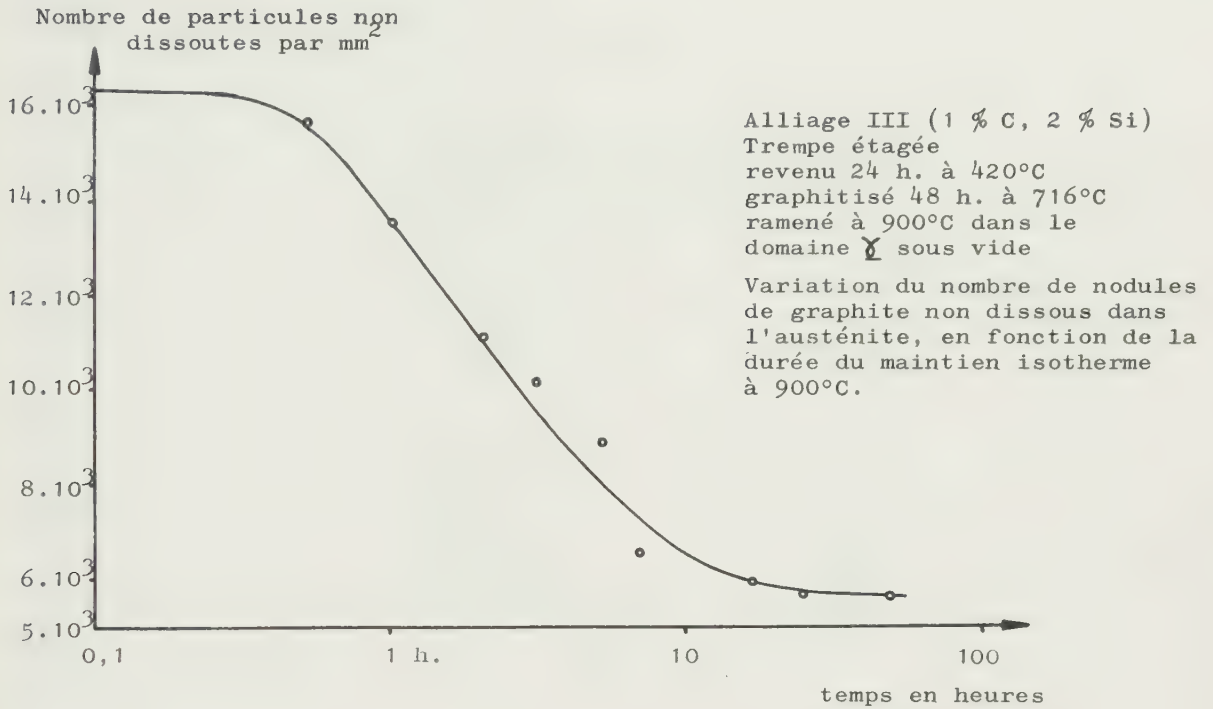


FIGURE 39

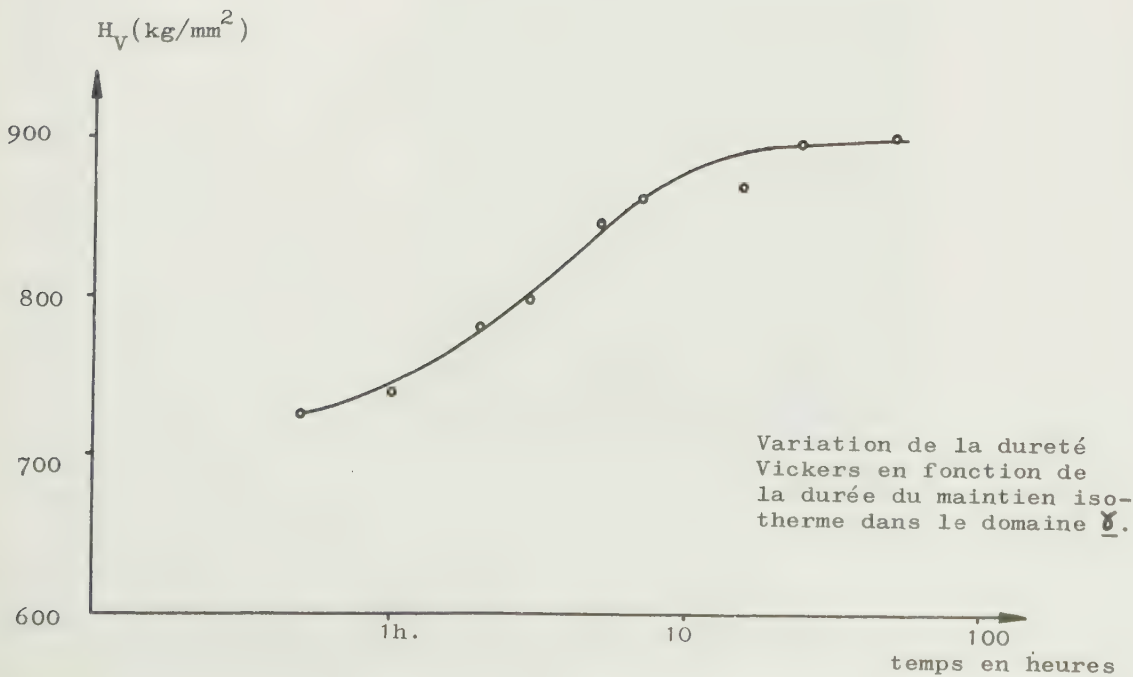


FIGURE 38

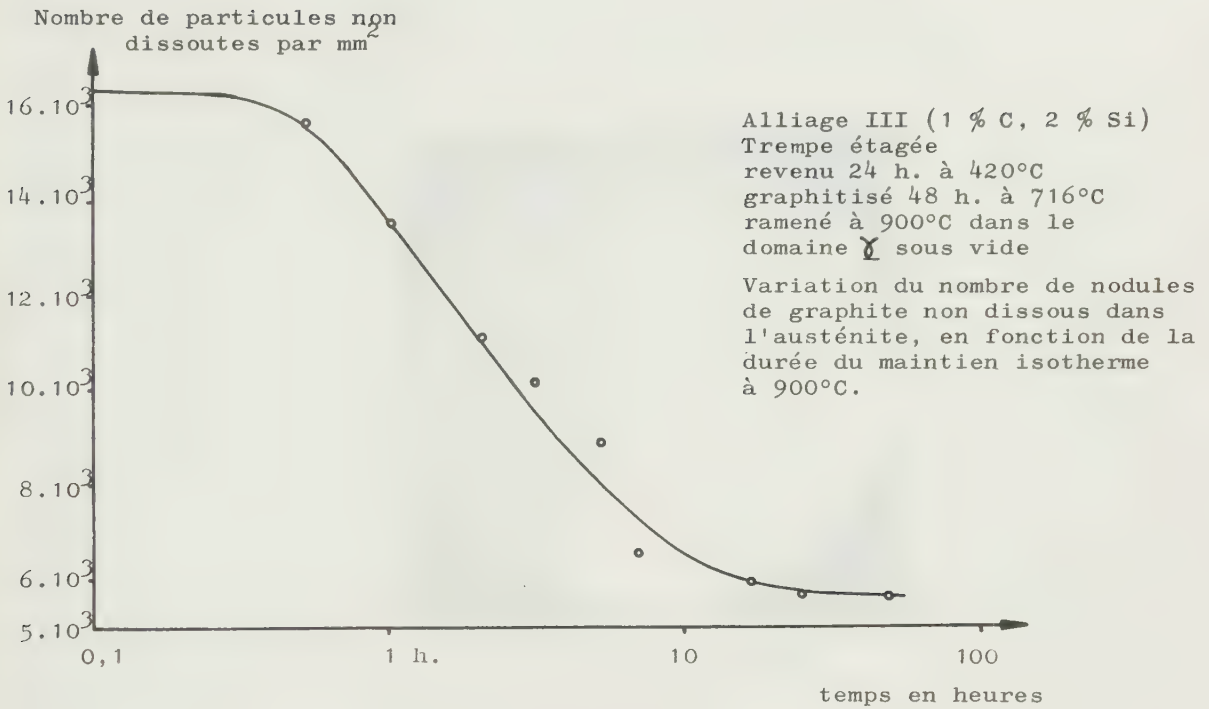


FIGURE 39

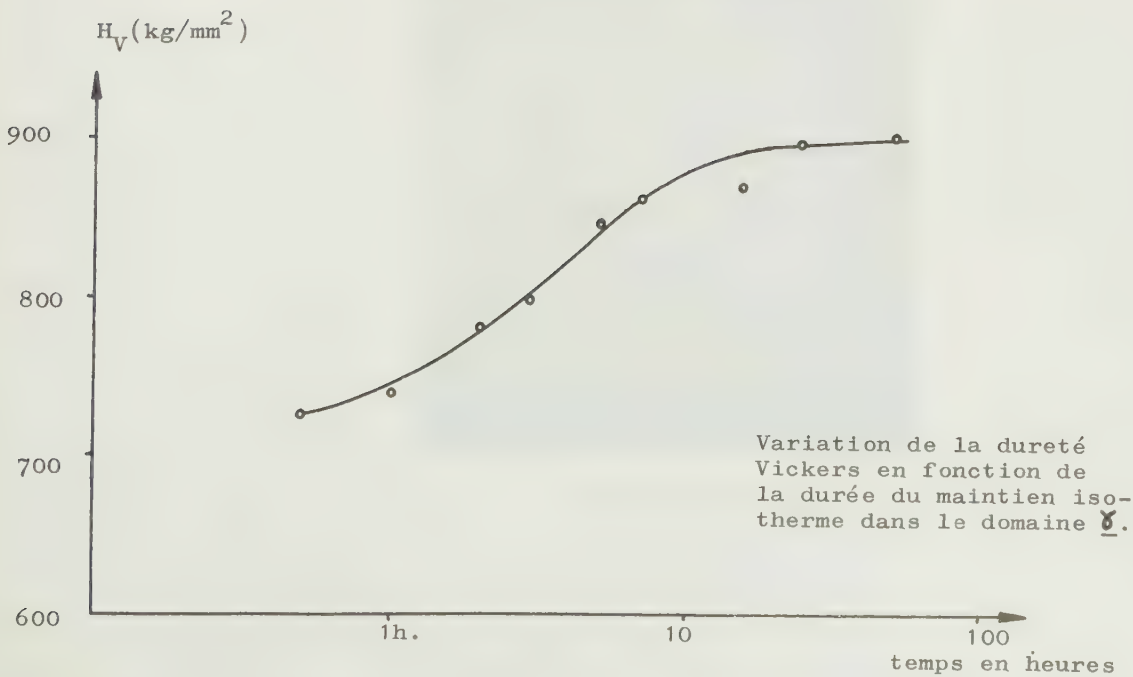


PLANCHE 1

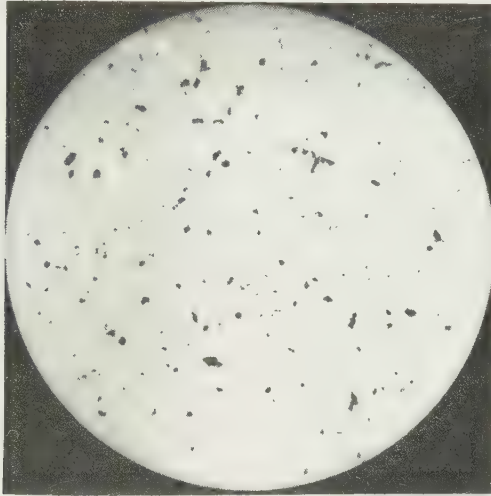
Alliage II (C 1,18 %, Si 1,19 %)

Austénitisé 20 mn. à 900°C

Trempe étagée : 900°C —————> 0°C (eau salée)

0°C —————> -195°C (azote liquide)

Graphitisation partielle de 36 h. à 530°C.



A - Micrographie optique

G = $\times 600$

Polissage au diamant de 0,25 micron
pas d'attaque chimique
Le polissage au diamant permet une
attaque sélective du graphite, ce
qui facilite la numération des par-
ticules et la mesure de leurs dimen-
sions.



B - Micrographie optique

G = $\times 600$

Le même échantillon, poli au diamant
de 0,25 micron, attaqué au nital à
4 %. Le contraste entre le graphite
et son environnement est faible ; la
détermination des dimensions des par-
ticules et leur numération deviennent
imprécises.

PLANCHE 2

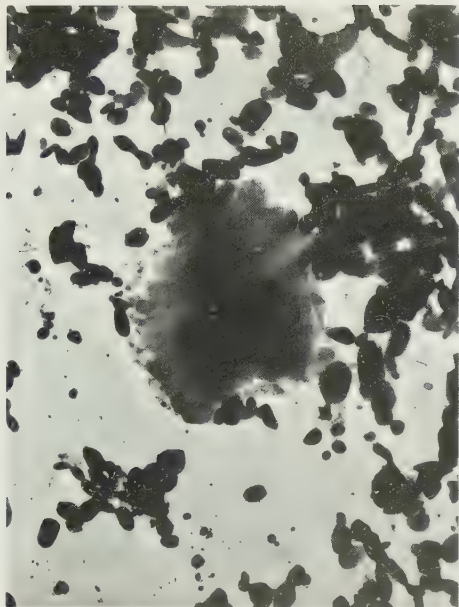
Alliage II (1,18 % C, 1,19 % Si)

Austénitisation 20 mn. à 900°C

Trempe étagée 900°C → 0°C (eau)

0°C → 196°C (azote liquide)

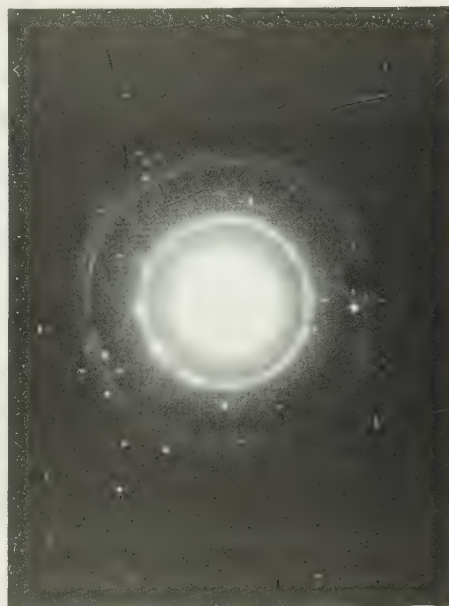
Graphitisation partielle de 24 h. à 530°C



A - Micrographie électronique

G = $\times 10.000$

Au milieu du cliché, le graphite apparaît plus clair que l'amas de carbures qui l'entourent (χ et Fe_3C).



B - Microdiffraction des électrons

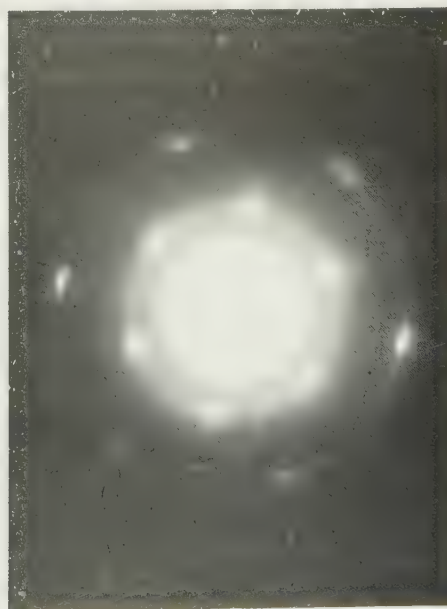
Cliché de graphite correspondant à la micrographie A. Les anneaux de Debye-Scherrer sont minces et distincts ; les taches extérieures à ces anneaux correspondent aux carbures entourant le graphite.



C - Micrographie électronique

G = $\times 10.000$

Au milieu du cliché la particule de graphite est épaisse ; elle se distingue des carbures par ses bords qui sont plus transparents. Le cliché de microdiffraction D correspondant



D - Microdiffraction des électrons

Les taches individuelles de réflexion sélective du graphite viennent se placer exactement sur les anneaux de Sebye-Scherrer.

PLANCHE 3

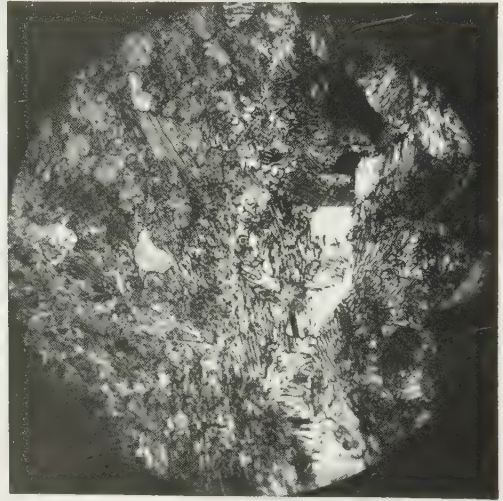
Structure des alliages bruts de coulée



A - Micrographie optique G = $\times 600$
(attaque au nital à 4 %)

Alliage I (1,18 % C, 1,5 % Si)

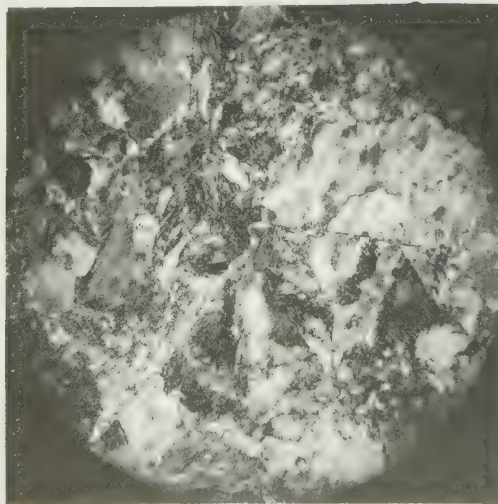
Cémentite primaire grossière, entourée de perlite lamellaire fine. La tache noire au milieu de la micrographie est de la martensite (microdureté = 950 kg/mm²). On remarque des traces blanches d'austénite (dureté de l'ensemble $H_V = 400$ Vickers).



B - Micrographie optique G = $\times 600$
(attaque au nital à 4 %)

Alliage II (1,18 % C, 1,19 % Si)

Perlite lamellaire + austénite + quelques traces de martensite. ($H_V = 320$ Vickers).



C - Micrographie optique G = $\times 500$
(attaque au nital à 4 %)

Alliage III (1 % C, 2 % Si)

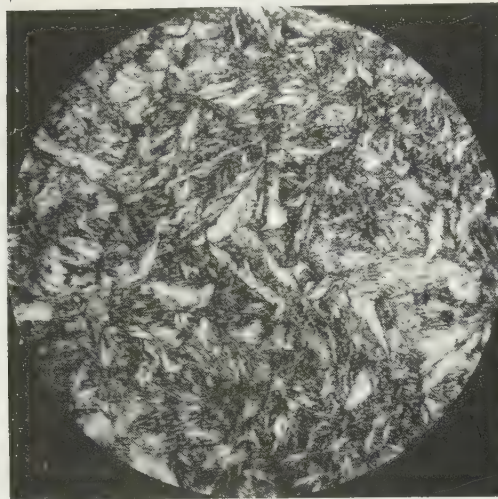
Perlite lamellaire fine ($H_V = 315$ Vickers).

PLANCHE 4

Structure de trempe

Alliage II (1,18 % C, 1,19 % Si)

Austénitisation 20 mn. à 900°C.

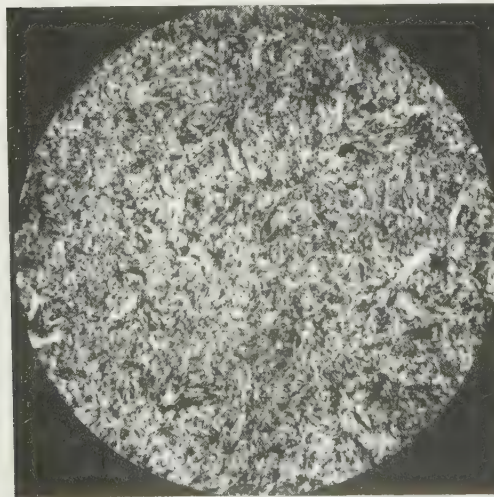


A - Micrographie optique

G = x 600

(attaque au nital à 4 %)

trempe à l'eau à 0°C
aiguilles de martensite (grises) entourées d'austénite résiduelle (blanche).
cette microstructure est beaucoup plus grossière que celle que l'on obtient par trempe étagée (B).



B - Micrographie optique

G = x 600

(attaque au nital à 4 %)

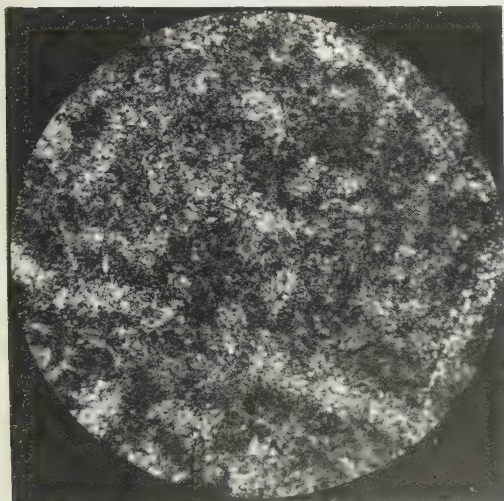
trempe étagée : 900°C —————> 0°C (eau)
 0°C —————> - 196°C (azote liquide)

La matrice est essentiellement martensitique et présente très peu d'austénite résiduelle (taches blanches).*

PLANCHE 5

Structure de revenu

Alliage II (1,18 C, 1,19 Si) austénitisé 20 mn à 900°C
 trempe étagée : 900°C → 0°C (eau)
 0°C → -196°C (azote liquide)



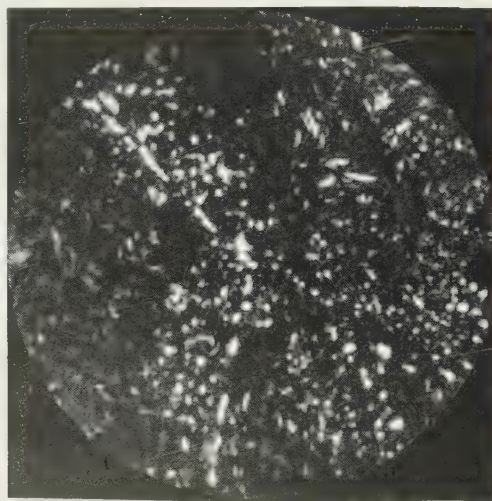
A - Micrographie optique

G = x 600

(attaque au nital à 4 %)

revenu 24 h. à 420°C

Les carbures (ϵ et χ) paraissent en blanc sur la micrographie ; ils sont très fins et semblent s'aligner sur les plages dendritiques. On remarque un début de décomposition du carbure χ en cémentite qui semble dessiner un ancien joint de grain d'austénite (traits blancs interrompus).



B - Micrographie optique

G = x 1250

(attaque au nital à 4 %)

Revenu 24 h. à 480°C ($\chi + \text{Fe}_3\text{C}$)

Les clichés de microdiffraction correspondants (planche XIV A, B et C) montrent qu'il n'y a plus de trace de carbure ϵ . On remarque que la cémentite formée au cours du revenu apparaît plus allongée sous forme de petits bâtonnets blancs qui s'alignent sur un ancien joint de grain d'austénite.



C - Micrographie optique

G = x 2000

(attaque au nital à 4 %)

Revenu 24 h. à 480°C ($\chi + \text{Fe}_3\text{C}$)

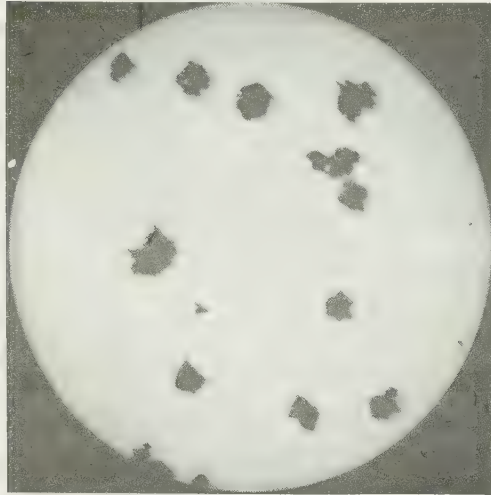
Empreinte de microdureté sur un amas de carbures

$$H_m^{10} = 442 \text{ kg/mm}^2$$

PLANCHE 6

Alliage I (1,8 % C, 1,5 % Si)

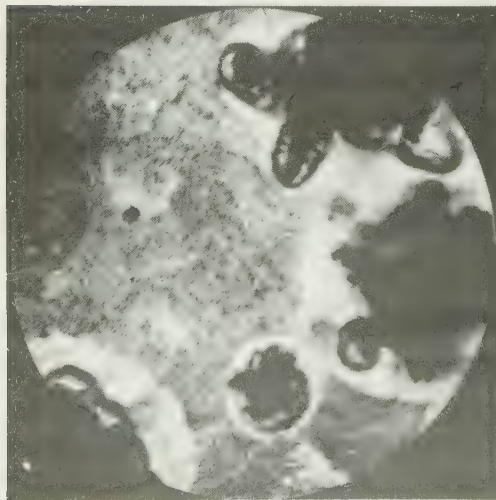
Graphitisation isotherme à 873°C sans traitement préalable.



A - Micrographie optique

G = $\times 200$

Polissage au diamant de 0,25 micron, sans attaque chimique
Le graphite a une forme grossière. Les particules sont un peu déchiquetées et elles sont uniformément réparties dans la matrice.



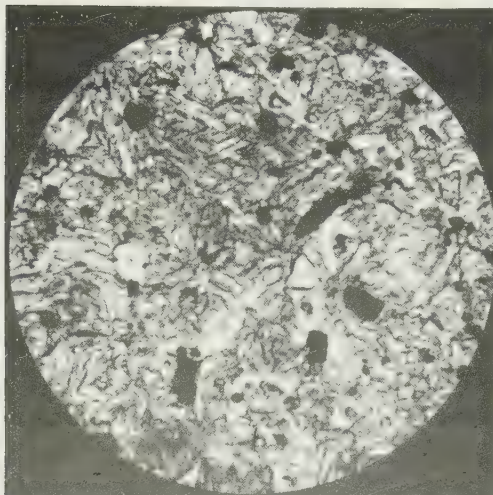
B - Micrographie optique

G = $\times 300$

Polissage électrolytique et attaque au nital à 4 %. Les particules de graphite ont été déchaussées ; leurs dimensions sont très grandes. Les particules sont entourées d'une auréole de ferrite sur une matrice perlitique.

PLANCHE 7

Alliage II (1,18 % C, 1,19 % Si)
Austénitisation 20 minutes à 900°C

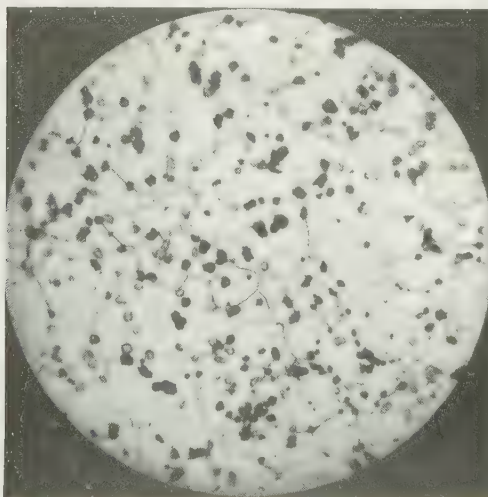


A - Micrographie optique

G = $\times 600$

(attaque au nital à 4 %)

Trempe à l'eau à 0°C uniquement (micrographie A Planche IV)
Graphitisé 48 heures à 530°C. La structure immédiatement
après trempe à l'eau à 0°C était austénito-martensitique.



B - Micrographie optique

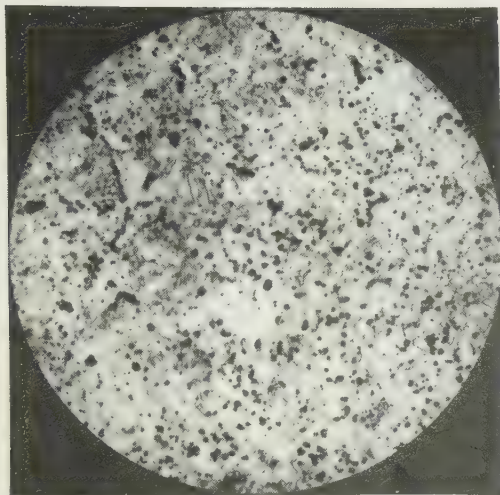
G = $\times 600$

(attaque au nital à 4 %)

Trempe étagée (eau salée à 0°C et azote liquide)
Graphitisé 100 heures à 530°C.
La structure immédiatement après trempe était essentiellement
martensitique (micrographie B, planche IV).
Après graphitisation de 100 heures à 530°C, la matrice est
formée de ferrite + graphite. Les particules de graphite sont
plus nombreuses et plus fines que dans le cas précédent (7-B).
Il n'y a pratiquement plus de trace de carbures de revenu.

PLANCHE 8

Alliages II et III
Austénitisation 20 mn. à 900°C
Trempe étagée (eau salée à 0°C et azote liquide)



A - Micrographie optique

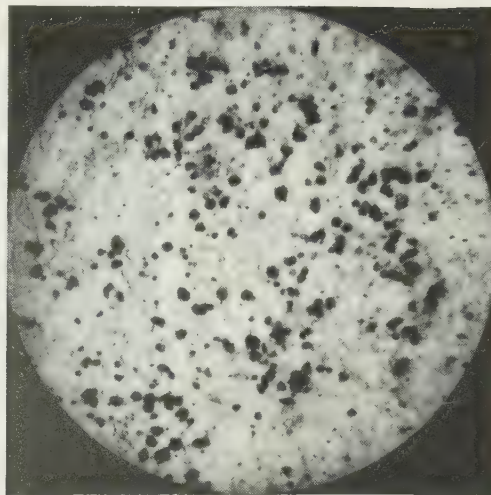
G = $\times 600$

(attaque au nital à 4 %)

Alliage II - Revenu 136 h. à 420°C

Graphitisation de 78 h. à 530°C

Les particules de graphite sont plus fines et plus nombreuses que dans le cas où le traitement de graphitisation n'a pas été précédé d'un traitement isotherme à basse température (7-B).



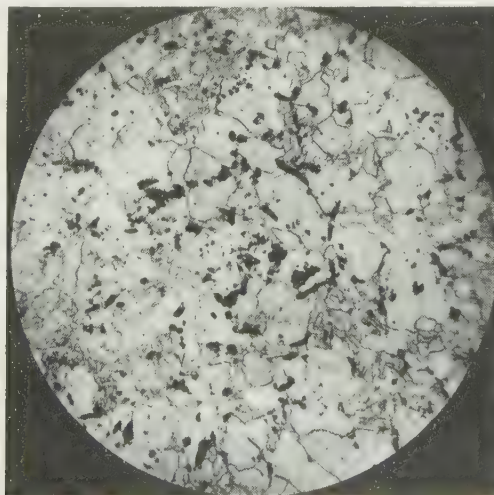
B - Micrographie optique

G = $\times 1250$

(attaque au nital à 4 %)

Le même échantillon que la micrographie A, observé à fort grossissement.

Les particules de graphite sont fines et très dispersées dans la matrice. Elles ont généralement une forme régulière. On remarque que leurs dimensions sont nettement plus petites que celles des particules de la micrographie B, planche VII.



C - Micrographie optique

G = $\times 600$

(attaque au nital à 4 %)

Alliage III (1 % C, 2 % Si)

Revenu 24 heures à 420°C

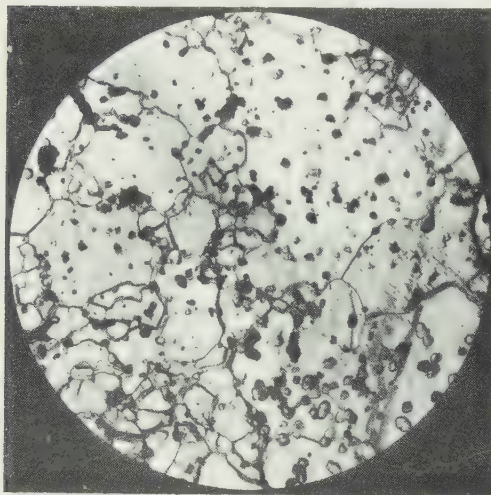
Graphitisation isotherme à 716°C

Les particules de graphite ont parfois tendance à se joindre pour former des bâtonnets.

PLANCHE 9

Alliage III (1 % C, 2 % Si)
Austénitisation 20 mn. à 900°C

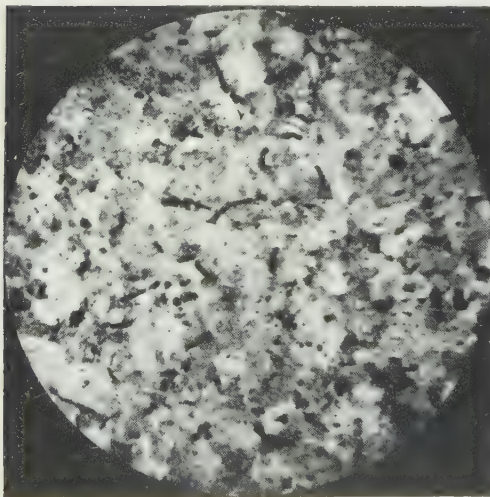
trempe étagée 900°C → 0°C (eau)
0°C → - 196°C (azote liquide)



A - Micrographie optique

G = × 500
(attaque au nital à 4 %)

Revenu 24 heures à 420°C
Graphitisé à 716°C (domaine $\alpha + \text{Fe}_3\text{C}$)
Refroidi à l'air calme
La matrice est ferritique



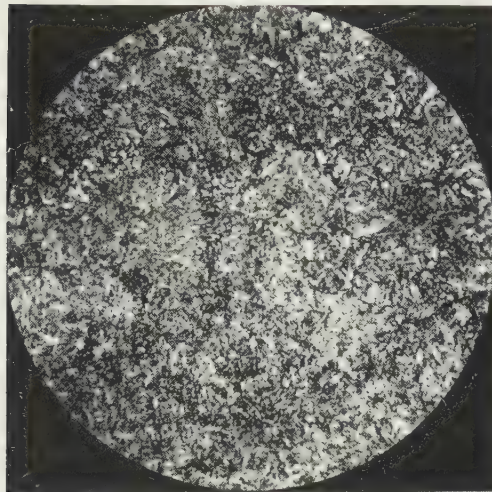
B - Micrographie optique

G = × 500
(attaque au nital à 2 %)

Revenu 24 heures à 420°C
Graphitisé à 770°C (domaine $\gamma + \text{Fe}_3\text{C}$)
Refroidi à l'air calme
La matrice est perlitique
Les particules de graphite semblent s'aligner sur les anciens joints de grains d'austénite sous forme de petits bâtonnets.

PLANCHE 10

Alliage II (1,18 % C, 1,19 % Si)
Trempe étagée $(900^{\circ}\text{C} \longrightarrow 0^{\circ}\text{C eau})$
 $0^{\circ}\text{C} \longrightarrow -196^{\circ}\text{C azote liquide}$



A - Micrographie optique

G = $\times 500$

Revenu 1 heure à 310°C
Précipité de carbure Ξ (taches blanches fines) sur les bords et à l'intérieur des aiguilles de martensite (en gris foncé).



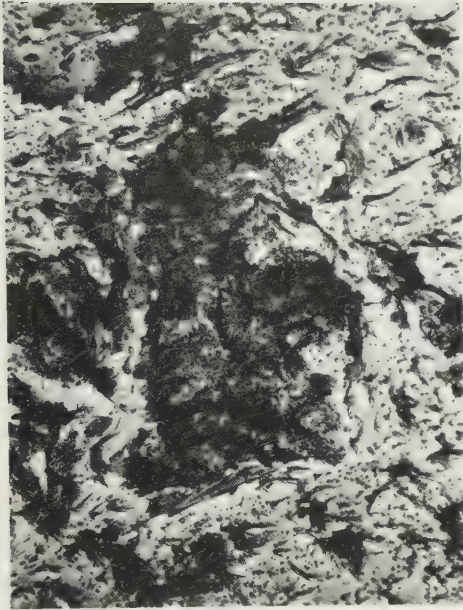
B - Microdiffraction des électrons

HT = 100 KV

Cliché de carbure Ξ fibreux et très fin correspondant à la micrographie A.

PLANCHE 11

Alliage II (1,18 %C, 1,18 % Si)
Revenu 10 heures à 420°C.



A - Micrographie électronique

G = $\times 25.000$ HT = 100 KV

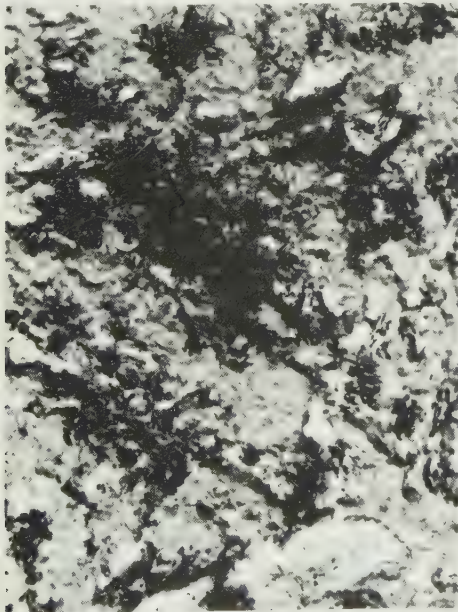
Précipité du carbure E sur le bord d'une ancienne aiguille de martensite. La densité de précipitation est beaucoup plus grande sur le bord qu'à l'intérieur.



B - Microdiffraction des électrons

HT = 100 KV

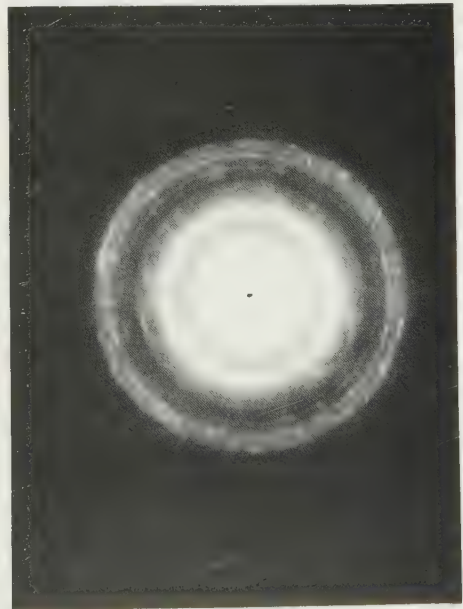
Cliché de carbure E correspondant à la micrographie A. Structure de fibre très fine.



C - Micrographie électronique

G = $\times 25000$

Carbure de Hägg (en noir sur un fond gris) provenant de la transformation du carbure E précipité dans une ancienne aiguille de martensite. On remarque que la précipitation est beaucoup plus importante sur les bords de l'aiguille qu'à l'intérieur comme pour le carbure E.



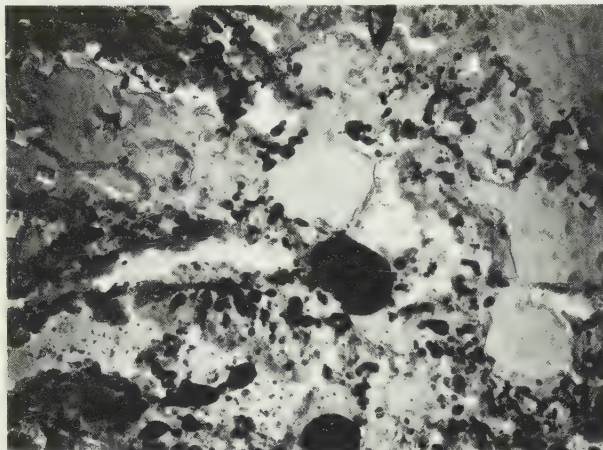
D - Microdiffraction des électrons

HT = 100 KV

Cliché de carbure de Hägg cristallisé correspondant à la micrographie C.

PLANCHE 12

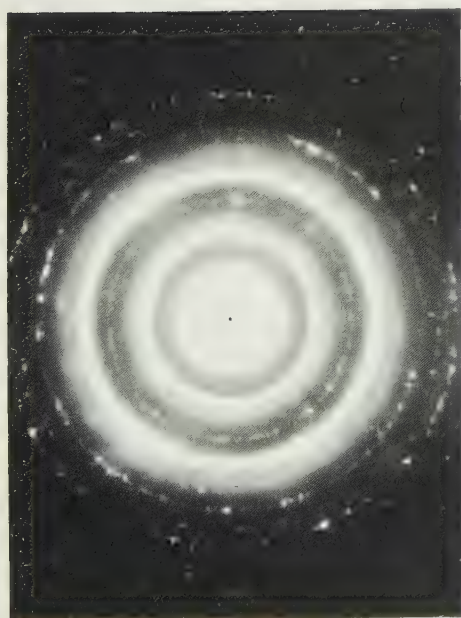
Alliage II (1,18 % C, 1,19 % Si)
Revenu 130 heures à 420°C



A - Micrographie électronique

G = $\times 10.000$

Cémentite coalescée (grandes taches noires) entourée de carbure de Hägg (petites taches noires) précipité dans une ancienne aiguille de martensite. La cémentite provient de la décomposition du carbure de Hägg qui se fait avec rejet de particules ultra-fines de graphite, mais il est encore difficile d'identifier le graphite avec certitude. On remarque qu'il n'y a plus de trace de carbure ϵ .



B - Microdiffraction des électrons

HT = 100 KV

Cliché de cémentite correspondant à la plage centrale (grosses taches noires) de la micrographie A.



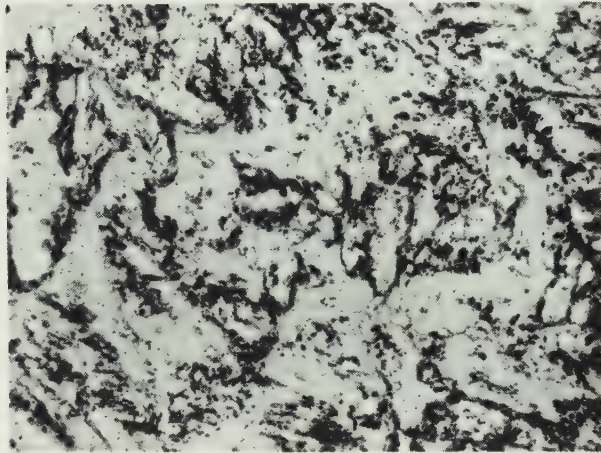
C - Microdiffraction des électrons

HT = 100 KV

Cliché de carbure de Hägg correspondant à la plage de droite de la micrographie A.

PLANCHE 13

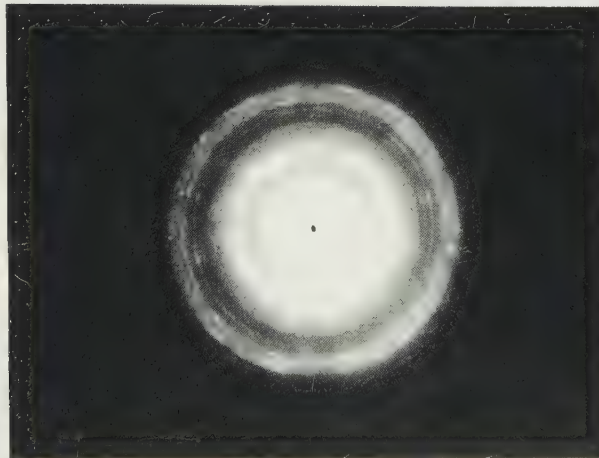
Alliage II (1,18 % C, 1,19 % Si)
Revenu 24 heures à 480°C



A - Micrographie électronique

G = x 8000

Carbure de Hägg formé à partir de carbure $\underline{\text{E}}$ qui s'est complètement décomposé. La finesse du carbure de Hägg est liée à celle du carbure $\underline{\text{E}}$ qui lui a donné naissance et à celle de la martensite.



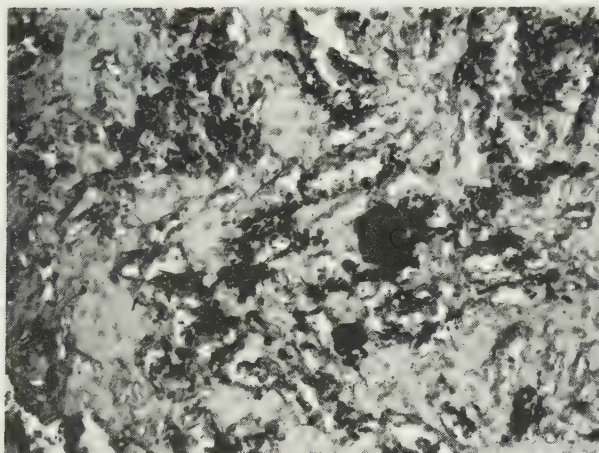
B - Microdiffraction des électrons

HT = 75 KV

Cliché de carbure de Hägg correspondant à la micrographie A.

PLANCHE 14

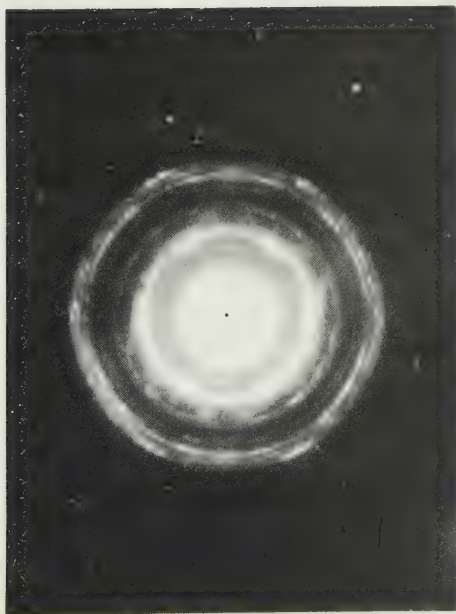
Revenu 24 heures à 480°C



A - Micrographie électronique

G = $\times 8000$

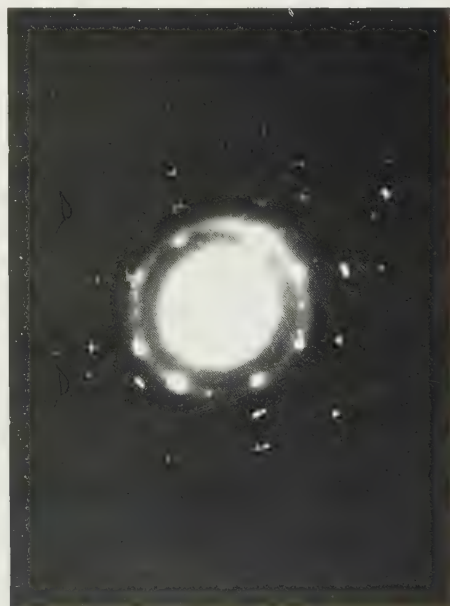
Le carbure de Hägg apparaît en noir sur un fond gris (de cémentite). La plage du milieu montre un début de coalescence de la cémentite provenant du carbure de Hägg (grosses taches noires).



B - Microdiffraction des électrons

HT = 75 KV

Anneaux de carbure de Hägg provenant de la décomposition du carbure ϵ avec quelques lignes de Kikuchi dues à la présence de la cémentite provenant de la décomposition de la phase α .



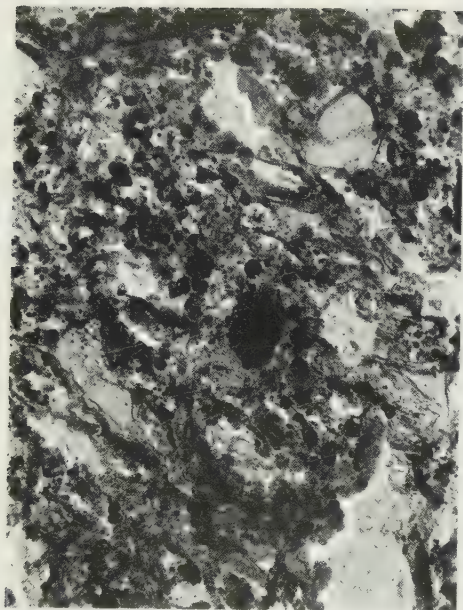
C - Microdiffraction des électrons

HT = 75 KV

Cliché de cémentite finement orientée et bien cristallisée correspondant à la plage de gauche en haut de la micrographie A (petit diaphragme de sélection : ϕ 75 microns).

PLANCHE 15

Alliage II (1,18 % C, 1,19 % Si)
Revenu 175 heures à 480°C.



A - Micrographie électronique

G = $\times 10.000$

Carbure de Hägg coalescé qui apparaît en noir sur un fond gris de cémentite. La grosse tache noire au milieu de la micrographie est de la cémentite coalescée formée à partir du carbure de Hägg.

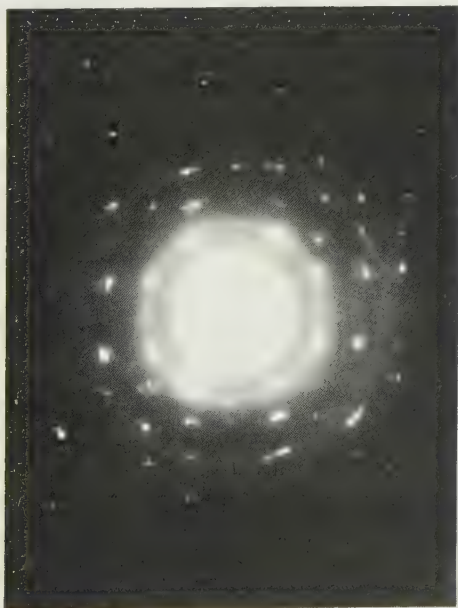
Sur la plage droite de la micrographie on remarque la présence de particules très fines de graphite qui sont plus transparentes que le carbure de Hägg.



B - Microdiffraction des électrons

HT = 100 KV

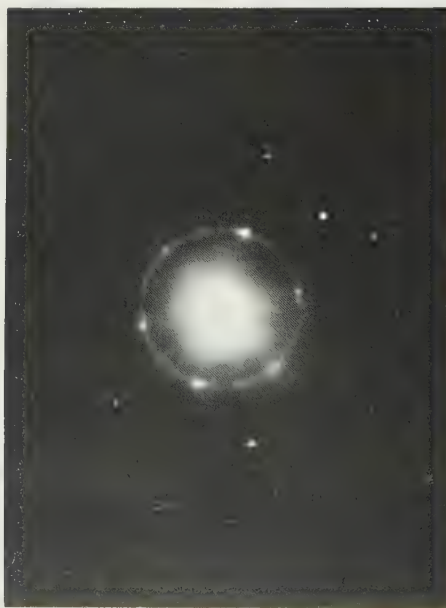
Cliché de graphite et de cémentite correspondant à la plage supérieure de gauche de la micrographie A (gros diaphragme de sélection $\varnothing$ 250 microns).



C - Microdiffraction des électrons

HT = 100 KV

Cliché de cémentite correspondant au bord de la grosse tache noire de la plage centrale de la micrographie A (petit diaphragme de sélection $\varnothing$ = 75 microns).



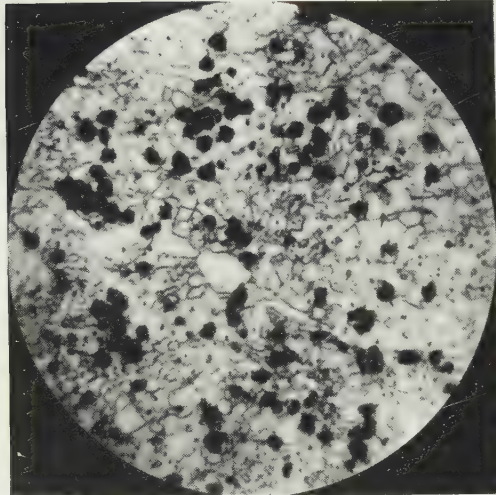
D - Microdiffraction des électrons

HT = 100 KV

Cliché de graphite correspondant à la plage droite de la micrographie A (petit diaphragme de sélection $\varnothing$ = 75 microns).

PLANCHE 16

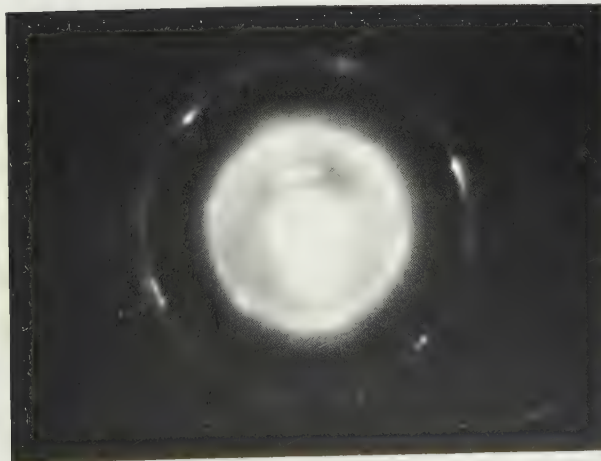
Alliage II
Revenu 24 heures à 930°C



A - Micrographie optique

G = $\times 1250$
(attaque au nital à 4 %)

La matrice n'est pas complètement ferritique, elle renferme encore des carbures de revenu (χ et Fe_3C) comme le montrent les clichés (A, B, C, D) de la planche II.



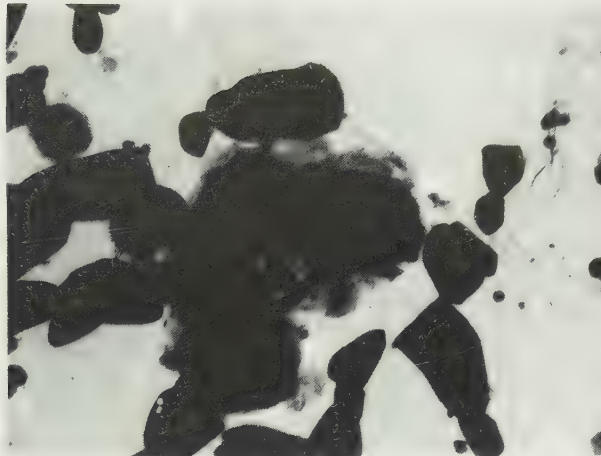
B - Microdiffraction des électrons

HT = 100 KV

Cliché de graphite. Les taches individuelles de réflexion sélective du graphite viennent se placer exactement sur les anneaux de Debye-Scherrer.

PLANCHE 17

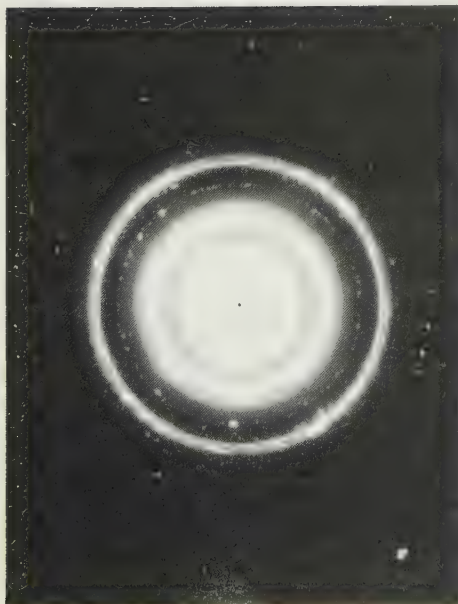
Alliage II (1,18 % C, 1,19 Si)
Revenu 36 heures à 530°C



A - Micrographie électronique

G = $\times 25.000$

Graphite + cémentite. Le graphite formé à partir du carbure C et du carbure X se distingue de la cémentite coalescée par ses bords qui sont plus transparents. La cémentite provient de la décomposition du carbure X au cours du revenu.



B - Microdiffraction des électrons

HT = 100 KV

Cliché de cémentite correspondant à la micrographie A. (gros diaphragme de sélection $\varnothing$ 250 microns).



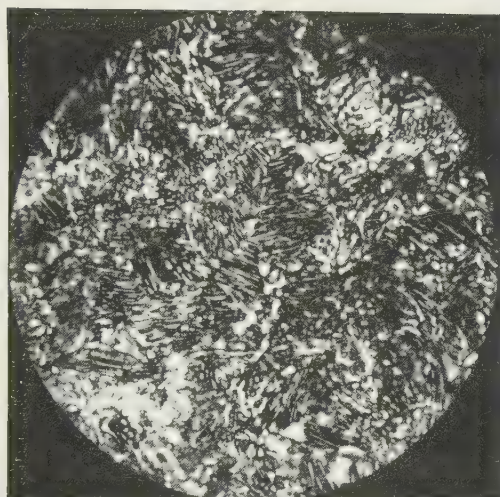
C - Microdiffraction des électrons

HT = 100 KV

Cliché de graphite. Microdiffraction par le petit grain sous forme hexagonale en gris clair au milieu de la cémentite en gris foncé.

Alliage III (1 % C, 2 % Si).

Brut de coulée



A - Micrographie optique

G = $\times 500$

(attaque au nital à 2 %)

Maintien isotherme à 870°C pendant 60 heures. Refroidissement lent à l'air calme. Perlite et cémentite proeutectoïde. On n'observe aucune trace de cémentite proeutectique ni de graphite. L'alliage III est homogène en phase gamma à cette température (870°C).



B - Micrographie optique

G = $\times 150$

(sans attaque chimique).

Graphitisé 72 heures à 810°C, au four électrique sous atmosphère d'argon. La mise en équilibre thermique est rapide : les particules de graphite sont plus grosses et déchiquetées.



C - Micrographie optique

G = $\times 150$

(attaque au nital à 2 %)

Graphitisé 72 heures à 810°C sous vide. La mise en équilibre thermique est relativement lente (300°C à 1'heure). Dans ce cas les particules de graphite sont moins grosses et semblent être plus nombreuses que dans le cas où le chauffage de l'échantillon est rapide (B).

La matrice est perlitique ; les auréoles de ferrite suivent exactement la forme des particules de graphite qui ont tendance à s'aligner sur les anciens joints de grains austénite-cémentite.



D - Micrographie optique

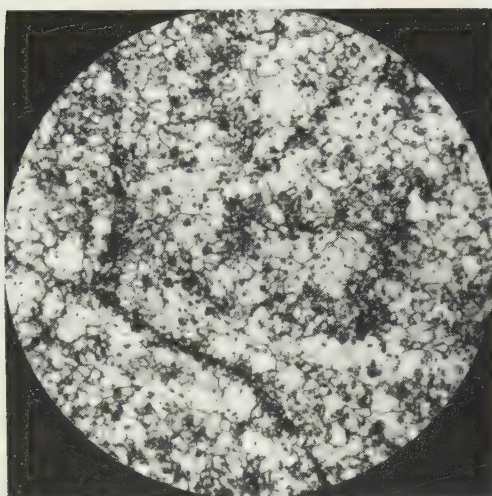
G = $\times 150$

(attaque au nital à 2 %).

Revenu 12 heures à 600°C. Graphitisé 72 heures à 810°C. Le revenu à 600°C a le même effet sur la finesse des particules de graphite qu'un chauffage lent (micrographie C) mais leur nombre reste faible (inférieur à 100 particules/mm²).

PLANCHE 19

Alliage II (1,18 % C, 1,19 % Si)
 Austénitisation 20 mn. à 900°C.
 Trempe étagée 900°C → 0°C (eau)
 0°C → -196 °C (azote liquide)
 Revenu 1 heure à 420°C.

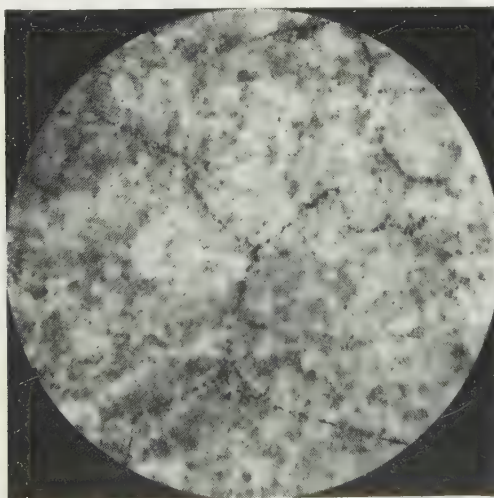


A - Micrographie optique

G = × 400

(attaque chimique au nital à 2 %).

Graphitisé 16 heures à 716°C (domaine $\alpha + \text{Fe}_3\text{C}$). La matrice est ferritique. On remarque une concentration des nodules de graphite sur les anciens joints austénitiques. Les germes de graphite correspondants se sont formés à partir de la cémentite formée elle-même à partir du carbure de Hägg.



B - Micrographie optique

G = × 500

(attaque chimique très légère au nital à 2 %).

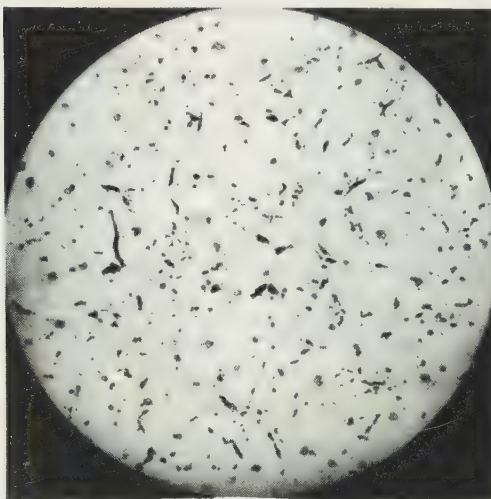
Graphitisé à 850°C (domaine $\gamma + \text{Fe}_3\text{C}$). La matrice est perlitique. A cette température les germes de graphite se forment surtout à partir de la cémentite provenant de la décomposition du carbure de Hägg. On remarque que la concentration des particules de graphite se fait surtout sur les anciens joints de grains d'austénite.

Les nodules sont plus fins et moins nombreux que dans le cas où la graphitisation a été effectuée dans le domaine $\alpha + \text{Fe}_3\text{C}$ (micrographie A).

PLANCHE 20

PLANCHE XX

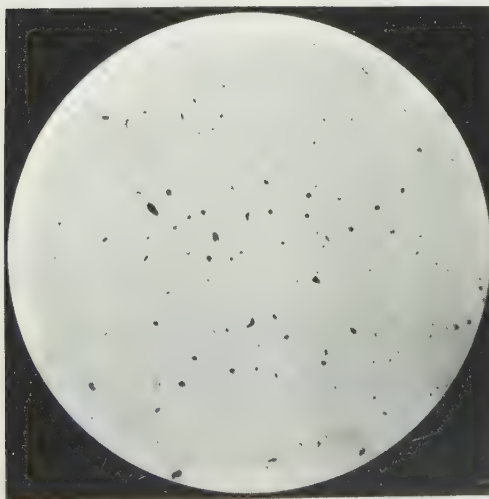
Alliage III (1 % C, 2 % Si)
Trempe étagée 900°C → 0°C (eau)
0°C → - 196°C (azote liquide)
Revenu 2 heures à 420°C
Graphitisé 48 heures à 716°C



A - Micrographie optique

G = × 500

Matrice ferritique au départ avant recuit à 900°C dans le domaine γ



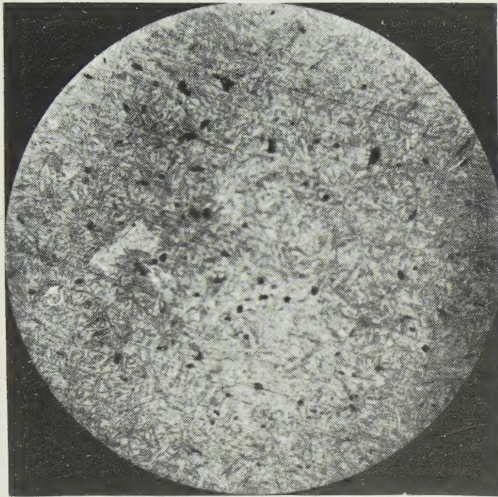
B - Micrographie optique

G = × 500

(sans attaque chimique)

Recuit isotherme de 5 heures à 900°C sous vide. Les particules de graphite les moins développées se sont redissoutes dans l'austénite et notamment leurs extrémités fines. Leur forme est plus arrondie.

PLANCHE 21

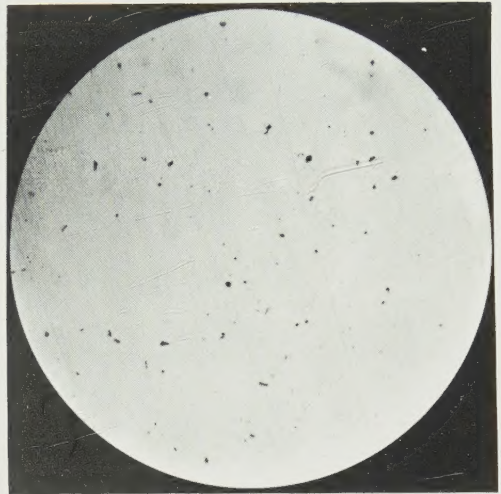


A - Micrographie optique

G = $\times 500$

(très légèrement attaqué au nital)

Recuit isotherme de 7 heures à 900°C sous vide. On remarque un début de formation d'aiguilles de martensite après trempe de 900°C à 0°C

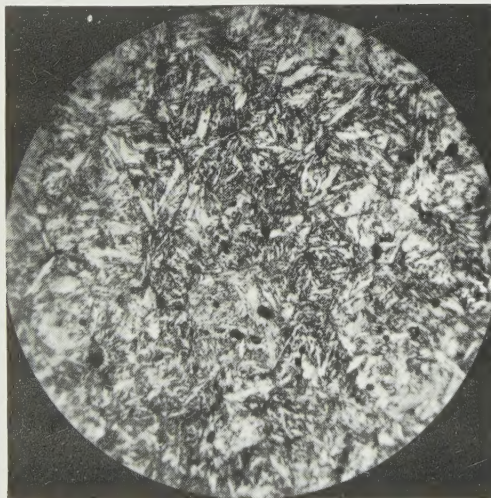


B - Micrographie optique

G = $\times 500$

(sans attaque)

Recuit isotherme de 24 heures à 900°C (sous vide). Les particules de graphite les plus fines se sont redissoutes et les dimensions de celles qui restent sont plus réduites.



C - Micrographie optique

G = $\times 600$

(attaque au nital à 4 %)

Recuit isotherme de 24 heures à 900°C sous vide. Trempe à l'eau à 0°C. Après ce recuit de 24 heures dans le domaine austénitique, la trempe conduit à une structure austénito-martensitique. Les aiguilles de martensite apparaissent en gris foncé et l'austénite résiduelle en blanc. On remarque la présence de quelques particules de graphite qui ne se sont pas redissoutes dans l'austénite.

